

Vers une évolution du protocole de qualification des bétons exposés au gel-dégel en présence des sels de déverglaçage: apports de la modélisation multi-échelles conjointe à une analyse de la variabilité climatique

Sara Al Haj Sleiman

▶ To cite this version:

Sara Al Haj Sleiman. Vers une évolution du protocole de qualification des bétons exposés au geldégel en présence des sels de déverglaçage : apports de la modélisation multi-échelles conjointe à une analyse de la variabilité climatique. Génie civil. École centrale de Nantes, 2022. Français. NNT : 2022ECDN0013 . tel-04645350

HAL Id: tel-04645350 https://theses.hal.science/tel-04645350

Submitted on 11 Jul2024

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.



THESE DE DOCTORAT DE

L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES

ECOLE DOCTORALE N° 602 Sciences pour l'Ingénieur Spécialité : Génie Civil

Par Sara AL HAJ SLEIMAN

Vers une évolution du protocole de qualification des bétons exposés au gel-dégel en présence des sels de déverglaçage:

apports de la modélisation multi-échelles conjointe à une analyse de la variabilité climatique

Thèse présentée et soutenue à l'Ecole Centrale de Nantes, le 17 mars 2022 Unité de recherche : UMR 6183, Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM)

Rapporteurs avant soutenance :

Véronique BAROGHEL-BOUNYIngénieure TPE - HDR Université Gustave Eiffel, Marne-la-ValléeAntonin FABBRIDirecteur de Recherche ENTPE – Université de Lyon

Composition du Jury :

Président :	Said EL YOUSSOUFI Moulay	Professeur des universités Université de Montpellier
Examinateurs :	Laurent IZORET Terje F.RONNING	Directeur délégué Syndicat Français de l'Industrie Cimentière, Paris Directeur de recherche Heidelberg Cement Northern Europe, Norway
Dir. de thèse : Co-dir.de thèse: Co-encadrant :	Frédéric GRONDIN Ahmed LOUKILI Syed Yasir ALAM	Professeur des universités École Centrale de Nantes Professeur des universités Ecole Centrale de Nantes Maître de conférences HDR Ecole Centrale de Nantes

REMERCIEMENTS

La réalisation de cette thèse a été possible grâce à plusieurs personnes à qui je voudrais témoigner toute ma gratitude.

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse Frédéric GRONDIN et mon co-directeur Ahmed LOUKILI, Professeurs à l'Ecole Centrale de Nantes, pour leurs aides, leur confiance et leur bienveillance depuis la phase d'initiation à la recherche quand j'étais en stage de master jusqu'à ce jour. Je remercie également Dr. Syed Yasir ALAM, mon co-encadrant, pour ses conseils, ses remarques et son aide.

Un grand merci à Dr. Laurent IZORET, mon encadrant au SFIC, pour sa contribution précieuse dans cette thèse. Merci pour nos discussions hebdomadaires qui m'ont beaucoup aidé à avancer. Merci pour ta gentillesse et ta disponibilité.

Merci aux membres du comité de suivi de thèse industriel, les représentants des sociétés cimentières Françaises, pour nos discussions intéressantes et pertinentes. Un grand merci à l'équipe de SigmaBéton de l'entreprise VICAT d'avoir collaborer dans ce travail de recherche. Merci également pour leur accueil chaleureux. Merci pour le comité de l'essai d'inter-comparaisons réalisé dans le cadre de cette thèse. Merci aux membres du comité de suivi académique.

J'exprime ma gratitude à Monsieur Said EL-YOUSSOUFI, Professeur des Universités à l'Université de Montpellier, d'avoir accepté de présider mon jury de thèse. Je remercie également Madame Véronique BAROGHEL-BOUNY, Ingénieure TPE, HDR, à l'Université Gustave Eiffel et Monsieur Antonin FABBRI, Directeur de recherche à l'ENTPE, de l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de cette thèse. Je tiens à remercier Monsieur Terje Finnerup RONNING, de la société Heidelberg Cement en Norvège, qui a bien voulu d'être examinateur de mon mémoire.

Il m'est impossible d'oublier les collègues du GeM et de l'équipe MeO en particulier : Merci à Dr. Abderrahmane RHARDANE qui m'a aidé à prendre la main sur les calculs numériques, merci pour les longues heures devant Cast3m ! Merci à mon collègue de bureau Siddartha pour son amitié, pour les fous rires et le partage d'anecdotes. Merci à Sonia, Aliénor et Guillemette pour leur encouragement aux multiples virages. Un grand merci à toutes et tous pour les pauses-midi et les soirées de weekends ! Merci à Katia, notre gestionnaire d'équipe, Eric Manceau notre administrateur informatique, Mathias, Vincent et Manon, techniciens à l'Ecole Centrale de Nantes, pour leurs aides.

Merci aux membres de l'ACDC de l'année 2019-2020 pour cette belle expérience. Merci à la Direction de la Recherche pour leur aide dans l'organisation de la Journée Parcours de Docteurs dans un contexte sanitaire complexe en décembre 2020.

Finalement, quoique je puisse dire et écrire je ne pourrais jamais exprimer ma grande affection et ma profonde reconnaissance à ma famille. Vous êtes la source inépuisable d'amour, de support et de tendresse. Maman et Papa, vous êtes les meilleurs. Vous avez été et vous serez toujours pour moi un exemple de persévérance. En témoignage de bruts d'années de sacrifices et d'encouragement, j'espère que vous allez trouver dans ce travail le fruit de vos efforts.

SOMMAIRE

REN	MERC	IEMENTS	ii
SON	MMAI	RE	iv
List	e de fi	gures	X
List	es des	tables	xvii
Intro	oductio	on Générale	1
Cha	pitre 1	: Etat de l'art sur la détérioration du béton par le gel-dégel	5
1	Mé	canismes de dégradation du béton sous l'action du gel-dégel	6
	1.1	Dégradation associée aux effets des pressions internes liées changements de p	hase6
	1.2	Dégradation du béton par l'écaillage	8
2	Mo	délisations numériques de la dégradation du béton par l'action du gel	14
	2.1	Modélisation de la dégradation du béton par écaillage	14
	2.2	Modélisation des effets des pressions développés dans la porosité des matéria	ux à base de
	cimen	nt exposés au gel	17
3	Cor	ntexte Normatif	20
	3.1	Méthodes d'essais normatives pour caractériser la dégradation du béton exp	posé au gel-
	dégel	20	
	3.2	Définition d'un cycle de gel-dégel	25
	3.3	Etude de la fiabilité des essais d'écaillage actuels	
4	Bila	an	
Cha	pitre 2	2 : Matériaux et méthodes expérimentales et numériques	
1	Prés	sentation du programme expérimental	
2	For	mulation du béton de référence étudié	39
	2.1	Caractérisation des constituants	40
	2.2	Propriétés de la formulation de béton de référence	41

3	Essa	ai de caractérisation de la résistance du béton à l'écaillage sous l'action du gel-dégel, e	n
pr	résence	de sels de déverglaçage4	9
	3.1	Procédure de pré-conditionnement suivi5	0
	3.2	Méthode de configuration des éprouvettes5	1
	3.3	Méthode de collecte des masses écaillées5	3
4	Out	ils d'analyse d'images pour la visualisation de la dégradation suite aux cycles de gel-dége	el
	53		
	4.1	Microscope digitale 3D RH-2000 (HIROX)	3
	4.2	Micro-tomographie aux rayons X	4
5	Mét	hode d'émission acoustique5	5
	5.1	Paramètres d'un signal d'EA5	5
	5.2	Description du dispositif de mesure5	6
6	Mod	dèles numériques5	7
	6.1	Approche multi-échelles pour la modélisation de la dégradation du béton exposé au ge	1-
	dégel	58	
	6.2	Modèle thermique basé sur les données météorologiques7	2
Cha	pitre 3	: Ecaillage du béton exposé au gel-dégel-Caractérisation des conditions thermique	es
des	essais	normatifs avec le cycle [+20/-20°C]70	6
1	Mod	des de cure adoptés	6
2	Cara	actérisation de la composition de la surface d'essai	'7
3	Con	ditions thermiques des essais d'écaillage	'9
	3.1	Présentation des enceintes climatiques utilisées	'9
	3.2	Chargements thermiques imposés	30
4	Rés	ultats et Discussions	32
	4.1	Evolutions des courbes d'écaillage	32
	4.2	Etude des distributions de température dans l'enceinte au cours des cycles [+20/-20°C] 8	38
	4.3	Modélisation numérique des déformations des éprouvettes de béton exposées aux cycle	es
	de gel	-dégel dans l'enceinte climatique)1
	4.4	Caractérisation de la dégradation des surfaces)7
	4.5	Suivi des indicateurs de durabilité après 56 cycles de gel-dégel de +20/-20 °C)1
5	Bila	ın)4

Cha	apitre 4	: Caractérisation du comportement du béton en conditions d'exposition ré	éelles.105
1	Exp	périmentation sur le terrain à la station météorologique du Mont Aigoual	105
	1.1	Justification du choix du site étudié et sa représentativité	105
	1.2	Moyens techniques	106
2	Mo	délisation numérique du comportement thermique du béton exposé aux	conditions
с	limatiq	ues du Mont Aigoual	108
3	Rép	oonse thermique intrinsèque du béton	109
	3.1	Analyse des séries temporelles enregistrées	109
	3.2	Résultats de la modélisation numérique	111
	3.3	Analyse des cycles de gel-dégel	114
4	Etu	de de la représentativité du cycle de gel-dégel normatif vis-à-vis des conditions c	limatiques
r	éelles d	u Mont Aigoual	115
5	Ete	ndue des observations de la campagne du Mont Aigoual	121
	5.1	Relation entre la température en surface du béton et la température de la masse	d'air121
	5.2	Etude des évolutions de température de la masse d'air de pays à climats sévères	s123
6	b Bila	າກ	127
Cha	apitre 5	: Développement d'un protocole de prédiction de la dégradation du béton e	en période
hiv	ernale.		
1	Pré	sentation des campagnes expérimentales	
_	1.1	Propriétés du béton	
	1.2	Paramètres des cycles de gel-dégel imposés	
2	Rés	ultats et discussions	131
	2.1	Etude des conditions thermiques de l'essai avec les cycles proposés	
	2.2		
	2.2	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique	
	2.2 2.3	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique Résultats d'écaillage	
	2.2 2.3 2.4	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique Résultats d'écaillage Evaluation de la dispersion des résultats d'écaillage	
3	2.2 2.3 2.4 Etu	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique Résultats d'écaillage Evaluation de la dispersion des résultats d'écaillage de de cas d'une formulation résistante	
3	2.2 2.3 2.4 3 Etu 3.1	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique Résultats d'écaillage Evaluation de la dispersion des résultats d'écaillage de de cas d'une formulation résistante Formulation du béton et justification du choix	
3	2.2 2.3 2.4 5 Etu 3.1 3.2	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique Résultats d'écaillage Evaluation de la dispersion des résultats d'écaillage de de cas d'une formulation résistante Formulation du béton et justification du choix Résultats d'écaillage	
3	2.2 2.3 2.4 5 Etu 3.1 3.2 3.3	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique Résultats d'écaillage Evaluation de la dispersion des résultats d'écaillage de de cas d'une formulation résistante Formulation du béton et justification du choix Résultats d'écaillage Analyse des écailles par DRX	134 137 142 143 143 145 146
3	2.2 2.3 2.4 5 Etu 3.1 3.2 3.3 5 Ess	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique Résultats d'écaillage Evaluation de la dispersion des résultats d'écaillage de de cas d'une formulation résistante Formulation du béton et justification du choix Résultats d'écaillage Analyse des écailles par DRX ai d'inter-comparaison en imposant le cycle [+5/-15°C]	134 137 142 143 143 145 146 148
3	2.2 2.3 2.4 3.1 3.2 3.3 4 Ess 4.1	Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique Résultats d'écaillage Evaluation de la dispersion des résultats d'écaillage de de cas d'une formulation résistante Formulation du béton et justification du choix Résultats d'écaillage Analyse des écailles par DRX ai d'inter-comparaison en imposant le cycle [+5/-15°C] Formulation du béton étudiée	

	4.2	Description du cadre de l'essai	149
	4.3	Résultats et discussions	150
5	Te	ntative de classification des fissures dues aux cycles de gel-dégel par la	a technique des
é	missio	ns acoustiques	155
	5.1	Montage des capteurs	155
	5.2	Résultats	156
6	Bi	an	161
Cor	nclusio	ons	162
Per	specti	ves	166
Réf	érence	es	169
AN	NEXI	ΕΙ	183
Art	icle pı	ublié: A quantitative assessment of the parameters involved in the freez	ze-thaw dmage
of c	emen	t-based materials through numerical modelling.	
Art	icle p	ublié: A numerical microscopically informed upscale approach for	analyzing the
reli	ability	of testing method for concrete resistance to freeze-thaw.	
AN	NEXI	Ξ ΙΙ	221
AN	NEXI	E III	
1.	Cim	ent CEM II/A-LL 42,5 N CE NF	
	1.1	Fiche technique	223
	1.2	Caractérisation	224
2	. Gr	anulats	227
3	. Ci	ment CEM I 52,5 N SR3 CE PM-CP2 NF	239
4	. Ca	pteurs d'émission acoustique WD	241
AN	NEXI	E IV	
1	. Co	urbes de pertes cumulées d'écaillage sur les 4 éprouvettes de chaque série	au cours des 56
с	ycles 1	normatifs de [+20/-20°C]	243
2	. Pa	lier de changement de phase	245
	2.1	Températures de nucléations dans les saumures des éprouvettes testées	245
	2.2	Régulation de l'HR	247

9
7
7
8
9
1
1
2
Λ
т ~+
st
8
/-
8
9
9
9
n
0
0
0
2
4
5

Liste de figures

Figure 1-1: a) Illustration de la formation de la glace dans les pores capillaires auprès d'une bulle d'air
b) Représentation schématique de la pression hydraulique de Powers [7]6
Figure 1-2 : Contraintes internes générées par le gradient thermique développé en surface du béton [12].
Figure 1-3 : Schéma illustrant l'évolution des pressions internes dans une pâte de ciment qui gèle en
présence de sels de déverglaçage [20]11
Figure 1-4 : Diagramme de phase eau-NaCl13
Figure 1-5: Fraction volumique de la glace dans une solution de NaCl en fonction de la température
[35]15
Figure 1-6 : Contraintes et fraction volumique de glace calculées dans une solution contenant 0,01 %
NaCl (gauche) et 3% de NaCl (droite)16
Figure 1-7 : (a) Treillis de poutres, (b) définition des forces et des degrés de liberté, (c) relation
contrainte-déformation d'un élément de poutre [37]17
Figure 1-15 : Cycles de température imposés dans les méthodes d'essai du Slab test, XP PP18-420,
CDF test et le cube test
Figure 1-16 : Paramètres d'un cycle [57]
Figure 1-17: Comparaison des résultats des essais d'écaillage proposés dans la prEN/CEN TS 12390-9
d'après les travaux de [72]
d'après les travaux de [72]
 d'après les travaux de [72]
 d'après les travaux de [72]
 G'après les travaux de [72]
 d'après les travaux de [72]
 d'après les travaux de [72]
 d'après les travaux de [72]
 G'après les travaux de [72]
 G après les travaux de [72]
 G'après les travaux de [72]
 Gapres les travaux de [72]

Figure 1-23 : Mesures de température dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions
dans l'enceinte d'un laboratoire (données non publiées du CEN/TC51/WG12/TG4,
communications personnelles)
Figure 2-1 : Schéma représentant le programme expérimental
Figure 2-2 : (a) Schéma du dispositif de mesure de diffusion des ions chlorures, (b) exemple d'une
éprouvette fendue après un essai, pulvérisée du nitrate d'argent
Figure 2-3 : (a) Evolution de la profondeur de carbonatation au cours du temps selon l'essai PERFDUB,
(b) Photo prise pour une éprouvette pulvérisée à la phénolphtaléine, fendue après 56 jours du début
de l'essai47
Figure 2-4 : Illustrations montrant (à gauche) la technique de balayages linéaires de l'ASTM C -457
ainsi qu'un exemple appliqué de la méthode de comptage (à droite) [92]
Figure 2-5 : Etapes suivies à partir de la confection des éprouvettes jusqu'au début des cycles de gel-
dégel51
Figure 2-6 : Configuration et annotation des composantes de l'éprouvette [57]
Figure 2-7 : Brosse utilisée dans l'étape de configuration des éprouvettes52
Figure 2-8 : Surface d'essai de l'éprouvette configurée
Figure 2-9 : Brosse TFB utilisée pour collecter les écailles des surfaces d'essai
Figure 2-10 : Positionnement de l'éprouvette pour récupérer les écailles53
Figure 2-11 : Microscope digitale 3D RH-2000
Figure 2-12 : Micro tomographe à rayons X (à gauche) et (à droite) détails de l'intérieur (caméra, porte
échantillon55
Figure 2-13 : Caractéristiques conventionnelles d'un signal d'EA56
Figure 2-14 : a) Principe du contrôle par émission acoustique [94], b) Le système d'EA à huit canaux
Figure 2-15 : Schéma représentatif de la génération de la microstructure de pâte de ciment [95]61
Figure 2-16 : Courbe de distribution de la taille des pores φr (en cercles), courbe du volume de pores
cumulé normalisé VNr pour la porosité capillaire (en trait plein), pour deux rapports E/C
différents [49]62
Figure 2-17 : Microstructure virtuelle de la pâte de ciment étudié [49]62
Figure 2-18: Conditions aux limites thermomécaniques imposés sur le VER de pâte de ciment63
Figure 2-19 : Cycle thermique de gel/dégel de [+5/-20°C] imposé dans les simulations63
Figure 2-20 : Courbes déformations en fonction de la température [95]67

Figure 2-21 : Illustration des composantes de la courbe de déformation de la pâte de ciment [104]67
Figure 2-22 : Exemple de microstructure de mortier
Figure 3-1 : Analyse thermogravimétrique des surfaces des éprouvettes
Figure 3-2 : Photo montrant la profondeur de carbonatation d'une éprouvette $15 \times 15 \times 7$ cm ³ ayant subi
la cure à 65% HR, 20°C et 3% CO ₂ 79
Figure 3-3 : Enceinte climatique ACFRI de SigmaBéton80
Figure 3-4 : Enceinte climatique BINDER MKF 240 du GeM80
Figure 3-5 : Températures nominales pendant 24h conformément au Slab test et au XP P18-420 ainsi
que les fuseaux de tolérances de chaque cycle81
Figure 3-6 : Une cartographie montrant la disposition des éprouvettes et des thermocouples dans
l'enceinte
Figure 3-7 : Moyennes de pertes cumulées des éprouvettes à surface sciée (SS) ayant les cures dans l'air
et CO ₂ dans le cas des deux laboratoires
Figure 3-8 : Moyennes de pertes cumulées des éprouvettes à Face Moulée (FM) ayant les cures dans
l'air et CO ₂ dans le cas des deux laboratoires
Figure 3-9 : Description schématique de la variation de la teneur en pâte et de l'effet de la ségrégation
en fonction du type de la surface d'essai
Figure 3-10 : Evolutions de températures dans les saumures des éprouvettes placées à différentes
positions dans l'enceinte ainsi que le fuseau de tolérance du slab test
Figure 3-11 : Evolutions de températures dans les saumures des éprouvettes placées à différentes
positions dans l'enceinte, en contrôlant l'HR91
Figure 3-12 : Enregistrements de températures dans les saumures des 8 éprouvettes considérées, avec
le fuseau de tolérance
Figure 3-13 : Déformations totales en fonction de température des VER soumis aux cycles de gel/dégel
enregistrés94
Figure 3-14 : Variation de ɛgelen fonction de la température minimale Tmin95
Figure 3-15 : Variation de ɛdégel en fonction de la température minimale <i>Tmin</i> 95
Figure 3-16 : Variation de ϵgel en fonction de la température de nucléation
Figure 3-17: Surfaces dégradées des éprouvettes de béton (S1-S5) après 56 cycles de gel-dégel de [+20/-
20°C]
Figure 3-18 : Cartographie 3D d'une surface sciée après 56 cycles de gel-dégel
Figure 3-19 : Cartographie 3D d'une surface fond de moule après 56 cycles de gel-dégel

Figure 3-20 : (a) image 3D d'un échantillon découpé de l'éprouvette saine, (b, d) section visualisant la
matrice, (c) section 3D montrant l'espace poreux100
Figure 3-21 : (a) image 3D d'un échantillon découpé de l'éprouvette dégradée, (b, d) section visualisant
l'endommagement de la matrice, (c) section 3D montrant l'endommagement de l'espace poreux.
Figure 3-22 : Photos montrant les carottages dans les éprouvettes testées au gel-dégel101
Figure 3-23 : Graphes donnant les valeurs des perméabilités apparentes de 6 éprouvettes carottées, après
60 jours de séchage ainsi que la perméabilité apparente moyenne de 3 éprouvettes saines à
plusieurs échéances de séchage102
Figure 3-24 : A gauche, éprouvette fendue après 24 h d'essai Dapp = $15.9 \text{ x}10 - 12 \text{ m}2/\text{s} - 12 \text{ m}2/\text{s}$
Xd(moy) =3,57 cm (provenant d'une éprouvette à surface sciée). A droite, éprouvette fendue
après 24 h d'essai Dapp(moy) = $19 \times 10 - 12m^2/s - Xd(moy) = 3,98$ cm (provenant d'une
éprouvette à face fond moule)
Figure 4-1 : Observatoire du Mont Aigoual recouvert par la neige
Figure 4-2 : Position du Mont Aigoual sur la carte de classification de la norme EN 206-1106
Figure 4-3: De gauche à droite Boîtier Stevenson à double étagère en orientation opposée, anémomètre
ultrasonique, pyranomètre CMP6 de Kipp&Zonen pour mesure du rayonnement solaire (direct et
diffus)107
Figure 4-4 : Dessin schématique du bloc de béton et du positionnement des thermocouples
Figure 4-5 : Photos montrant les blocs de béton équipés de thermocouples108
Figure 4-6: Séries temporelles de la température interne du béton en bleu, de la température de l'écran
en rouge (axe Y) et de la radiance solaire en orange avec moyenne mobile en brun (axe Y') en
référence au cycle thermique du CEN/TS 12390-9 (T_x en rouge, T_n en bleu), Mont Aigoual, Mars
2013 [56]111
Figure 4-7: Mesures de la température du béton par rapport aux résultats numériques du 16 février au 2
mars 2015 à 2 cm de la face sud du bloc112
Figure 4-8: Evolution de la visibilité et de la vitesse du vent au Mont Aigoual du 16 février au 02 mars
2015
Figure 4-9: Comparaison des résultats numériques aux mesures expérimentales après la prise en compte
du rayonnement nocturne-Février 2015
Figure 4-10: Définition des types de cycle thermique [56]114

Figure 4-11 : Schéma montrant l'opération de basculement du bloc (nouvelle configuration) et du thermocouple de surface
Figure 4-12 : Photos des éprouvettes de béton du suivi d'écaillage et des blocs de suivi de température.
Figure 4-13 : Moyennes des pertes cumulées sur 4 éprouvettes à face fond de moule et 4 à face sciée
exposées aux conditions météorologiques réelles du Mont Aigoual118
Figure 4-14 : Photos montrant l'évolution de l'état des surfaces des éprouvettes exposées au Mont Aigoual de 2019 à 2021
Figure 4-15 : Comparaison de la température en surface du bloc XF4 (résultats de simulations
numériques et mesures expérimentales) à la température de la masse d'air et mise en évidence de
l'effet du rayonnement solaire au cours du mois de Février 2020
Figure 4-16 : Comparaison de la température en surface du bloc XF4 (résultats de simulations
numériques et mesures expérimentales) à la température de la masse d'air et mise en évidence de
l'effet du rayonnement solaire au cours du mois de Mars 2020123
Figure 4-17 : Série chronologique de la température sous abri mesurée pendant l'hiver 2020-21 à
Méaudre
Figure 4-18 : Série chronologique de la température sous abri mesurée pendant l'hiver 2020-21 à Ulaan-
Baator126
Figure 5-1 : Températures nominales des cycles imposés
Figure 5-2 : Mesures des évolutions de température dans les saumures des éprouvettes placées à
différentes positions dans l'enceinte au cours du cycle [+20/-20°C] du slab test
Figure 5-3 : Mesures des évolutions de température dans les saumures des éprouvettes placées à
différentes positions dans l'enceinte au cours du cycle [+10/-10°C] proposé133
Figure 5-4 : Mesures des évolutions de température dans les saumures des éprouvettes placées à
différentes positions dans l'enceinte au cours du cycle [+5/-15°C] proposé134
Figure 5-5 : Diagramme psychométrique, les cycles [+20/-20°C] (en rouge), [+10/-10°C] (en bleu) et
[+5/-15°C] (en vert) sont marqués sur le diagramme
Figure 5-6 : Moyennes des pertes cumulées d'écaillage en fonction des 56 cycles de [+10/-10°C], [+5/-
15°C] et [+20/-20°C] pour les séries d'éprouvettes à Surface Sciée (SS)137
Figure 5-7 : Moyennes des pertes cumulées d'écaillage en fonction des 56 cycles de [+10/-10°C], [+5/-
15°C] et [+20/-20°C] pour les séries d'éprouvettes à face Fond de Moule (FM)

Figure 5-8 : Evolutions des déformations l'échelle du béton au cours de 10 cycles de gel/dégel de [+5/- 15° C] et [+20/-20°C], cas d'une pâte de ciment à E/C=0,5, saturée (SAT=0,99) et à 3% NaCl. Figure 5-9: Evolutions des coefficients de variation des résultats d'écaillage pour les séries d'éprouvettes à SS (à gauche) et FM (à droite) au cours des 56 cycles de $[+5/-15^{\circ}C]$ et $[+20/-15^{\circ}C]$ 20°C].....142 Figure 5-10 : Moyennes des pertes cumulées d'écaillage des éprouvettes de béton à base de ciment CEM II et CEM I SR3, Surface Sciée (SS), en fonction des 56 cycles de [+5/-15°C].....146 Figure 5-11 : Moyennes des pertes cumulées d'écaillage des éprouvettes de béton à base de ciment CEM II et CEM I SR3, Face Fond de Moule (FM), en fonction des 56 cycles de [+5/-15°C]. 146 Figure 5-12 : Spectres DRX des écailles provenant des éprouvettes de béton CEM II (en orange) et Figure 5-14 : Evolutions de température dans les saumures des éprouvettes des quatre laboratoires Figure 5-15 : Courbes de moyennes de pertes cumulées d'écaillage en fonction des cycles de gel-dégel, pour les éprouvettes à surface sciée (SS) des quatre laboratoires d'essai......152 Figure 5-16 : Courbes de moyennes de pertes cumulées d'écaillage en fonction des cycles de gel-dégel, pour les éprouvettes à face moulée (F. Moulée) des quatre laboratoires d'essai......152 Figure 5-17 : Evolutions des coefficients de variation des résultats d'écaillage inter-laboratoires pour Figure 5-18 : Montage des capteurs d'EA sur l'éprouvette de béton exposée au gel-dégel......155 Figure 5-19 : Evolutions de l'énergie cumulée libérée pendant un EA au cours des 3 premiers cycles de Figure 5-20 : Dendrogramme de corrélation entre les caractéristiques des signaux d'EA......158 Figure 5-22 : Evolutions de l'amplitude des signaux d'EA correspondant aux clusters du béton au cours Figure 5-23 : Evolutions des valeurs des fréquences maximales des signaux d'EA correspondant aux clusters du béton au cours des cycles de gel-dégel.....159 Figure 5-24 : Evolutions du paramètre de l'énergie cumulée des signaux d'EA correspondant aux clusters du béton au cours des cycles de gel-dégel......159

Figure 5-25 : Classification des types de fissures selon la relation e	entre l'AF et le RA [166]161
Figure 5-26 : Relation entre la fréquence moyenne (AF) et le RA	au cours de sept cycles de gel-dégel
de [+5/-15°C]	

Listes des tables

Table 1-1 : Table donnant les caractéristiques des méthodes du CEN/TS 12390-9 et du	XP P18-420.
	23
Table 1-2: Table donnant les résultats d'écaillage pour les différents cycles [58]	
Table 2-1: Formulation du béton étudiée	40
Table 2-2 : Caractéristiques de la formulation à l'état frais	41
Table 2-3 : Table donnant les résultats de l'essai de porosité à l'eau réalisée sur 3 corps d	l'épreuves. 43
Table 2-4 : Résultats de l'essai de la perméabilité à l'azote réalisé sur 3 corps d'épreuv	res et résultats
moyens obtenus.	
Table 2-5 : Caractéristiques du réseau d'air des deux gâchées de la formulation testée	
Table 2-6 : Composition minérale du CEM I [49].	62
Table 3-1 : Données statistiques sur les pertes cumulées après 56 cycles de gel-dégel, résu	ıltats des deux
laboratoires	86
Table 3-2 : Propriétés des composants du mortier et du béton	
Table 4-1: Propriétés thermiques utilisées pour le bloc du béton modélisé	
Table 4-2 : Table donnant les moyennes ΔT menstruelles pour l'hiver 2019-2020	
Table 5-1 : Caractéristiques de la formulation à l'état frais des deux gâchées de béton	
Table 5-2 : Formulation du béton résistante commercialisée dans un milieu G+S	143
Table 5-3 : Caractéristiques de la formulation à l'état frais.	
Table 5-4 : Caractéristiques du réseau d'air de la formulation résistante testée	144
Table 5-5 : Formulation de béton de l'essai d'inter-comparaison	
Table 5-6 : Caractérisation du béton des deux gâchées	149
Table 5-7 : Table donnant les moyennes et les écarts-type de pertes cumulées pour le	es deux séries
d'éprouvettes testées dans les quatre laboratoires, après 56 cycles de gel-dégel	

Introduction Générale

Les coûts de maintenance et de réparation des ouvrages en béton après un hiver rigoureux sont des lignes du budget des collectivités qui sont craintes et difficiles à prévoir par les acteurs publics. Les infrastructures urbaines, notamment les autoroutes, les ponts et les barrages, situées dans des pays froids souffrent de l'effet de l'action du gel en hiver, où en plus, les sels sont régulièrement utilisés pour dégivrer les surfaces. Sous ces conditions, un écaillage superficiel des structures en béton peut résulter, ainsi qu'une fissuration au sein du matériau provoquée par les cycles de gel-dégel. Ceci entraîne une perte de durabilité de l'ouvrage. Il existe de nombreux modèles décrivant les mécanismes impliqués et l'endommagement du matériau qui en résulte. Aucun d'entre eux n'explique complètement le problème, en raison du couplage de différents phénomènes thermo-hydro-mécaniques et chimiques. Des pressions de plusieurs types sont développées dans la porosité de ces matériaux poreux exposés au geldégel. Ces pressions s'accompagnent d'une expulsion d'eau liquide dans le système poreux, de gradients de concentration en sels ainsi que des forces répulsives entre le cristal de glace en développement et les parois du pore. En outre, la formation de la glace en surface du béton entraîne le développement de contraintes, liées à la différence de coefficients d'expansion thermiques, dont l'amplitude dépend de la concentration de sels en solution.

D'ailleurs, étant donné que la résistance du béton au gel-dégel a toujours été parmi les sujets les plus préoccupants dans le domaine du génie civil, plusieurs documents visant à définir des protocoles d'essai ont été établis par les autorités de normalisation au cours des années tel que les travaux du CEN, l'AFNOR, le SNV et le DIN (principalement utilisés dans les pays Européens) ainsi que l'ASTM et le BNQ (appliqués à l'échelle internationale). Dans cette thèse nous nous sommes intéressés aux essais de caractérisation de la résistance du béton à l'écaillage par l'action du gel-dégel, en présence des sels de déverglaçage. Les essais correspondants consistent à exposer le béton à des cycles de gel-dégel allant de +20 °C à -20 °C, selon des vitesses de refroidissement et de réchauffement variables d'un essai à un autre. Les

performances vis-à-vis de l'écaillage du béton sont ensuite évaluées en mesurant principalement les masses écaillées au cours des cycles appliqués. Toutefois, un niveau de fiabilité médiocre de ces essais d'écaillage appliqués à l'échelle Européenne a été remarqué. Ceci a été montré dans le cadre de nombreuses études comparatives et essais inter-laboratoires dont les résultats sur un même béton ont été d'une grande dispersion. En outre, l'application de ces essais provoque la défaillance de bétons ayant un long historique d'utilisation satisfaisante. Plusieurs paramètres ont été discutés comme étant les causes de divergence des résultats, tel que le degré de saturation du matériau et la période de conservation du béton précédant l'essai. Cependant, de nombreuses preuves sur le terrain montrent que la dégradation due à l'écaillage par le gel-dégel se produit dans un climat local très différent de celui des conditions conventionnelles imposées au laboratoire. Ainsi, la représentativité du cycle normatif, à savoir le [+20/-20 °C], vis-à-vis des conditions réelles du gel-dégel, peut être raisonnablement remise en question.

Dans ce travail de recherche une étude de la pertinence technico-scientifique du cycle normatif [+20/-20°C] a été effectuée dans le but de proposer un protocole fiable permettant l'évaluation de la résistance du béton à l'écaillage par l'action du gel-dégel, en présence de sels de déverglaçage.

Les travaux réalisés sont rapportés dans ce mémoire qui est constitué de 5 chapitres.

Dans le **Chapitre 1**, une synthèse bibliographique sur les différentes théories et modèles existants pour caractériser et modéliser les mécanismes de dégradation du béton exposé aux gel-dégel est présentée. De plus, des études évaluant les performances du béton exposé au gel sur site et aux laboratoires ont été abordées.

Le **Chapitre 2** débute par une présentation de la démarche adoptée pour résoudre la problématique de recherche. La formulation du béton de référence est ensuite caractérisée et les principales méthodes numériques et expérimentales utilisées dans le cadre de ce travail sont aussi présentées.

Une campagne de référence qui consiste à réaliser des essais d'écaillage au laboratoire en imposant le cycle normatif de [+20/-20°C] est par la suite présentée. Ceci dans le but de caractériser les conditions thermiques appliquées dans les essais normatifs actuels. En raison

de la complexité des paramètres mis en jeu dans les phénomènes de gel-dégel des matériaux poreux à base de ciment, le développement d'outils numériques offre la meilleure opportunité de représenter la complexité du matériau et d'étudier au plus près les phénomènes locaux à petite échelle. C'est pour cela, une modélisation numérique des déformations du béton exposé aux cycles de gel-dégel au cours de l'essai est également effectuée à l'aide d'un modèle numérique basé sur une approche micromécanique. Cette dernière intègre les effets des pressions développées dans la porosité à l'échelle microscopique et prend en compte les différents paramètres affectant la dégradation du béton exposé au gel en présence de sels de déverglaçage : à savoir la température minimale, le degré de saturation en eau ainsi que la concentration en sel. L'étude est complétée par une caractérisation des indicateurs de durabilité du béton exposé aux cycles de gel-dégel afin d'identifier les modes de dégradations associés à l'écaillage. Ceci fait l'objet du **Chapitre 3**.

Ensuite, une définition des conditions réelles de gel-dégel auxquelles le béton est exposé dans les pays à climat modéré ou sévère s'est avérée nécessaire afin de pouvoir évaluer la pertinence de celles imposées au laboratoire. Une campagne expérimentale menée au Mont Aigoual en France est pour cela présentée. Cette campagne a pour but de caractériser la réponse du béton exposé à des conditions climatiques réelles, représentatives d'un milieu de gel modéré ou sévère. Une étude des évolutions de température dans les pays à climat réputé modéré ou sévère est également exploitée afin d'étendre les résultats obtenus dans la campagne du Mont Aigoual. Ceci est présenté dans le **Chapitre 4**. Sur la base de ces dernières études, un cycle de gel-dégel alternatif plus pertinent et représentatif de ces conditions est proposé.

Finalement, le **Chapitre 5** traite les résultats obtenus avec le nouveau cycle de gel-dégel proposé. Les résultats sont comparés avec ceux obtenus en imposant le cycle normatif actuel [+20/-20°C]. Le but principal est de proposer une piste permettant de faire évoluer le protocole actuel d'évaluation de la résistance du béton à l'écaillage en présence de sels de vers un autre plus fiable. Une étude de cas d'une formulation de béton réglementairement résistante est également présentée. Une application de la méthode d'émission acoustique sur une éprouvette de béton exposée aux cycles de gel-dégel est exploitée à la fin de ce chapitre dont les résultats

sont comparés à ceux trouvés dans la littérature. Ceci n'est qu'une étude préliminaire nous permettant de voir ce que l'application de cette méthode pourra nous apporter dans la compréhension des mécanismes associés à la dégradation du béton par l'action du gel.

Chapitre 1 : Etat de l'art sur la détérioration du béton par le gel-dégel

L'action des cycles de gel-dégel peut provoquer deux types de détérioration dans les matériaux cimentaires menant à la pénalisation des conditions de service de l'ouvrage exposé.

La dégradation interne, nommée aussi fissuration interne, est une dégradation qui se propage dans la masse d'un béton exposé aux cycles de gel-dégel, notamment lorsqu'il est saturé. Elle se manifeste par une microfissuration importante fragilisant les liens pâte de ciment/granulats. Au niveau macroscopique, il en résulte une perte de cohésion, de la résistance à la traction et du module d'Young ainsi qu'une augmentation de la perméabilité du matériau aux agents agressifs (tels que les ions chlorures attaquant les armatures d'un ouvrage) [1]–[3].

Le second mode de dégradation est superficiel, affectant les surfaces en béton exposées à un environnement froid et sévère comportant des cycles de gel-dégel. Cette dégradation appelée écaillage s'intensifie en présence de sels de déverglaçage. Elle se manifeste par le détachement progressif de fragments de quelques millimètres d'épaisseur constitués de pâte ou de mortier. En plus des problèmes d'ordre esthétiques engendrés, l'écaillage provoque une augmentation de la perméabilité et de la porosité de la surface. Ceci affecte les conditions de service de la structure suite à la diminution de l'épaisseur d'enrobage et à la pénétration des agents agressifs. Ce type de dégradation est souvent localisé dans des zones de quelques centimètres carrées bien que les surfaces de béton avoisinantes demeurent en bon état. Il s'agit d'une dégradation en lien avec la variabilité locale des propriétés superficielles du béton, telles que le réseau poral et sa connectivité, la finition de la surface mais dépend aussi fortement des conditions d'exposition tel que la concentration de sels de déverglaçage, le niveau de saturation en eau, etc. [4], [5].

1 Mécanismes de dégradation du béton sous l'action du geldégel

1.1 Dégradation associée aux effets des pressions internes liées changements de phase

1.1.1 Modèle des pressions hydrauliques de Powers

Powers a décrit dans [6] un mécanisme de dégradation du béton exposé au gel induisant le développement de pressions hydrauliques dues au déplacement de l'eau dans la pâte de ciment. Ces pressions engendrent des efforts de tension dégradant le matériau.

La théorie des pressions hydrauliques est la première tentative permettant d'expliquer la détérioration du béton par le gel. A mesure que la température baisse endessous du point de congélation dans une pâte de ciment saturée, de la glace



Figure 1-1: a) Illustration de la formation de la glace dans les pores capillaires auprès d'une bulle d'air b) Représentation schématique de la pression hydraulique de Powers [7].

commence à se former dans les pores capillaires. La formation de la glace s'accompagne d'une augmentation de volume de 9%. Ainsi, pour pouvoir accueillir cette augmentation de volume, l'eau en excès est expulsée des sites de gel vers les bulles d'air (Figure 1-1) qui servent en quelque sorte de soupapes, ceci engendre le développement de pressions hydrauliques. La valeur maximale de cette pression a été estimée par Powers selon l'équation suivante :

$$p_{max} = \frac{\eta}{3} \left(1,09 - \frac{1}{s'} \right) \frac{UR}{K} \boldsymbol{\Phi}(\bar{L})$$
(1-1)

où S' représente le degré de saturation, η et *K* les viscosités et la perméabilité, U, R et (\overline{L}) respectivement le taux de formation de la glace, le taux de refroidissement et la fonction de distribution dans laquelle le facteur d'espacement est intégré.

1.1.2 Théorie des pressions osmotiques de Powers et Helmuth

Plus tard, en années 1953, Powers et Helmuth [8] ont découvert qu'en plus de l'hypothèse qui est à la base de la théorie des pressions hydrauliques, l'eau se déplaçait vers les pores capillaires lors de la formation de la glace plus qu'elle n'en était expulsée. La pression osmotique est dictée par la différence de fraction molaire de soluté à l'interface cristal/liquide et celle loin de l'interface : lorsque l'eau gèle, elle rejette les ions qu'elle comportait initialement, augmentant ainsi localement la concentration de l'eau non gelée. Ces ions proviennent des impuretés contenues dans l'eau interstitielle et des sels de déverglaçage appliqués en période hivernale. Etant donné que l'énergie libre du solvant dans une solution est inférieure à celle du solvant pure, le solvant passe du milieu où son énergie libre est élevée vers le milieu où son énergie libre est faible, donc vers le solvant en solution. Ainsi, l'eau non gelée des pores de gel se déplace vers l'eau gelée des pores capillaires. En plus du gradient énergétique, le gradient de concentration crée un transport diffusif des molécules d'eau. L'équilibre est rétabli par la migration de l'eau des zones non gelées (pores du gel) vers les sites de nucléation de la glace (les pores capillaires). A ce mécanisme s'ajoute l'existence d'un gradient de potentiel chimique entre, d'une part, l'eau en équilibre avec la glace des gros pores atteints par le front de gel μ_1 et d'autre part, l'eau des plus petits pores (pores de gel) μ_2 . μ_2 étant supérieur à μ_1 , l'équilibre thermodynamique n'est rétabli que par migration de l'eau des pores de gel vers les sites de formation de gel. Ce deuxième mécanisme est appelé aussi micro-cryo-succion.

1.1.3 Modèle thermodynamique de Scherer - la pression de cristallisation

Les forces répulsives qui se développent entre les parois du pore et le cristal de glace en croissance engendrent des contraintes de traction pouvant dépasser la résistance du béton à la traction, celle-ci étant de l'ordre de 3 MPa. Une pression de cristallisation est exercée par le cristal de glace en développement sur les parois de la matrice cimentaire lorsque la propagation de la glace est freinée par la finesse de la capillarité face à la courbure de l'interface eau-glace.

Cette pression est définie en fonction de la différence de courbure de l'interface solide-liquide entre le front hémisphérique k_{CL}^{P} et le canal cylindrique κ_{CL}^{E} [9], [10] :

$$p_{c} - p_{L} = \gamma_{CL} (k_{CL}^{E} - k_{CL}^{P})$$
(1-2)

Lorsque le cristal de glace pénètre dans le canal, la pression développée devient comme suit :

$$p_c - p_L = \gamma_{CL} \frac{\cos \theta}{r_E} \tag{1-3}$$

Où θ est l'angle de contact entre le cristal et la paroi de la matrice solide et γ_{CL} l'énergie d'interface liquide-cristal. Cette pression agit sur un petit volume (proportionnel à r_E). Selon [11], le gel de porosité des C-S-H engendre un développement de la pression de cristallisation, ceci commence à partir d'une température suffisamment basse de l'ordre de T= -23°C.

Des mécanismes similaires se produisent en surface de la structure et provoquent des détachements de la matière.

1.2 Dégradation du béton par l'écaillage

1.2.1 Modèles de choc thermique et de gradient de concentration de Rösli

Le modèle du choc thermique de Rösli et Harnick [12] est décrit comme suivant : l'application du sel sur une surface glacée provoque une fusion brutale de celle-ci s'agissant d'une réaction endothermique. Le béton perd de son énergie en se refroidissant et donc un choc thermique apparait. Il en résulte des contraintes et des déformations différentielles comme il est montré dans la (Figure 1-2). Les contraintes développées en surface sont supposées être la cause de la création des microfissures qui amorcent le phénomène d'écaillage. La contrainte de traction développée dans une couche mince près de la surface est donnée par [13] :

$$\sigma_{\chi} = \left(\frac{E_p}{1-\nu}\right) \alpha \Delta T \tag{1-4}$$

Or, pour un revêtement en béton $E_p = 30 \ GPa$, $\alpha = 10^{-5}/^{\circ}C$ et $\nu = 0,2$, la contrainte maximale à la surface pour un changement de température de $\Delta T = 1^{\circ}C$ est de 0,34 MPa. Pour s'approcher de la résistance à la traction du béton (qui est de l'ordre de 3 MPa), la chute de

température nécessaire à la surface est de $\Delta T = 8^{\circ}$ C. Ce choc drastique ne se produit pas souvent sur le terrain.

D'autre part, des études menées par Rösli et Harnick [12] sur des ouvrages régulièrement salés ont montré qu'un profil de concentration en ions chlorures existe. Le maximum se situe à



Figure 1-2 : Contraintes internes générées par le gradient thermique développé en surface du béton [12].

une profondeur de 1 cm sous la surface où les chlorures y sont lessivés par les précipitations atmosphériques. Les gradients de concentrations qui en résultent devraient provoquer une variation de la température de congélation selon la profondeur. Par conséquent, une couche intermédiaire à forte concentration en sel devrait geler après les deux autres auxquelles elle est superposée. De plus, lorsque la température devient suffisamment basse dans la couche intermédiaire non gelée, l'eau ne pourrait pas être expulsée, les couches superposées étant gelées et devenues imperméables. Les tensions internes provoquées en raison des dilatations différées des couches gelées et celles non gelées sont supposées être la cause principale de l'écaillage.

Ces deux modèles semblent limités pour plusieurs raisons : d'une part, le modèle de choc thermique ne s'applique pas aux expériences de laboratoire qui consistent à geler une solution saline à la surface d'un corps en béton plutôt qu'appliquer du sel sur la glace existante, ainsi ce modèle semble être limité. D'autre part, en se basant sur ces deux modèles, la dégradation devrait augmenter avec la concentration en sels. Toutefois, la dégradation maximale par écaillage a été observée dans le cas d'une solution saline à concentration modérée (3 % de sels en masse), d'abord dans les essais de [14]. Ceci a été connu sous « l'effet pessimum ». Cette observation a été validée par [15]–[19]. Finalement, ce modèle ainsi que celui du gradient de concentration en ions chlorures ne tiennent pas en compte de l'effet positif de l'entraîneur d'air sur la résistance du béton à l'écaillage.

1.2.2 Modèle du glue-spalling

Le modèle du « glue-spalling » est proposé pour expliquer la dégradation du béton par écaillage. Ce modèle a été inspiré d'une méthode de production de surface décorative sur une pièce de verre [18]. Une couche d'époxy a été appliquée sur une plaque de verre sablée ; le composite a été ensuite refroidi. L'époxy a été fissuré à cause des différences de dilatations thermiques. À l'endroit où la fissure rencontrait la surface du verre, une forte amplification de la contrainte s'est produite, de sorte que les fissures ont pénétré dans l'interface et ont enlevé de fines lamelles de verre. De la même manière, il a été proposé dans ce modèle que les écailles de pâte de ciment sont enlevées de la surface du béton lorsque la saumure gelant en surface du béton est fissurée. La dégradation de surface en présence des sels a été liée aux propriétés physiques de la glace puisque le coefficient thermique d'expansion de la glace ($\alpha_i \approx$ 50 ppm/°C) est supérieur à celui du béton ($\alpha_c \approx 10 \text{ ppm/°C}$). Les équations décrivant ce modèle sont décrites dans la section 2.1. Selon les auteurs du modèle du glue-spalling, l'air entraîné pourrait être bénéfique à la résistance à l'écaillage de deux façons : (1) l'air entraîné réduit le ressuage; et (2) la glace dans les vides d'air aspire le fluide poreux de la matrice environnante, ce qui comprime le corps poreux et compense les contraintes de traction développée en surface [4]. Le modèle de glue-spalling attribue l'écaillage aux contraintes différentielles développées suite au gel de la solution saline en surface du béton. Pourtant, pendant un essai d'écaillage la surface d'essai n'est pas complètement dégradée bien que la couche de saumure couvre la totalité de la surface. Les écailles sont souvent détachées localement de la surface ; ce qui signifie que le gel de la solution saline en surface n'est pas le seul mécanisme provoquant l'écaillage. De plus, la quantité d'écaillage n'est pas constante au cours des cycles de gel-dégel.



1.2.3 Proposition de Fagerlund

Figure 1-3 : Schéma illustrant l'évolution des pressions internes dans une pâte de ciment qui gèle en présence de sels de déverglaçage [20].

Fagerlund a proposé dans [20] que l'action combinée de pressions hydraulique et osmotique contribue à l'écaillage comme le décrit la Figure 1-3. Ceci vient en faveur de la théorie du glue-spalling notamment en ce qui concerne l'existence d'une concentration de sel provoquant un effet pessimum. Nous remarquons d'après la Figure 1-3 que la pression hydraulique est dominante lorsque les concentrations en sels sont faibles dans la solution interstitielle. Lorsque la concentration en sels augmente, l'effet de la pression hydraulique diminue suite à la baisse de la

température de congélation et donc la diminution de la quantité de glace formée. En revanche, l'effet de la pression osmotique augmente dans ce cas. La somme des effets simultanés des pressions osmotiques et hydrauliques suggère que lorsque la concentration en NaCl est de l'ordre de 2.5%, une pression totale maximale est générée au niveau de la surface, ce qui est accompagnée d'une dégradation intense [20]. Ceci est en accord avec l'effet « pessimum » observée dans [14]–[19].

1.2.4 Mécanismes chimiques favorisant la dégradation du béton sous l'action du gel

La dégradation du béton par l'action du gel-dégel est accompagnée par un changement dans sa microstructure. Pigeon et Regourd [1] ont montré que ce sont l'hydroxyde de calcium et les sulfoaluminates qui sont partiellement dissous à basse température. Leur recristallisation sous forme d'hydrates secondaires fibreux dans les vides d'air fragilise le béton en augmentant sa porosité capillaire et contribue à affaiblir énormément la cohésion du matériau [21]. La

portlandite, qui cristallisait avant la congélation plutôt sous forme de plaques, se présente après congélation sous forme hexagonale faible [3]. Ce changement de morphologie caractérise le phénomène de dissolution-recristallisation du Ca(OH)₂.

D'autre part, la solubilité de la portlandite augmente avec l'abaissement de la température [3], [22]-[25]. De plus, sa solubilité augmente aussi en présence des sels tels que le NaCl, notamment pour des concentrations entre 0 et 0,5 mol/L [24], [26]. Ce qui correspond à des solutions de 0 à 3% NaCl (la masse molaire du NaCl étant de 58,44 g/mol). Ainsi, en présence du NaCl, le Ca(OH)₂ se dissout et réagit avec les ions chlorures présents pour former le CaCl₂ tel qu'il a été rapporté dans la thèse de [27] d'après [28] selon l'équation suivante :

$$Ca(OH)_2 + 2Cl^- \rightarrow CaCl_2 + 2OH^-; \qquad (1-5)$$

Le CaCl₂ réagit ensuite avec le C₃A du clinker pour former le sel de Friedel selon la réaction suivante :

$$CaCl_2 + C_3A \rightarrow 3CaO.Al_2O_3.CaCl_2.10H_2O;$$
 (1-6)

Par apport des sulfates, l'ettringite peut se produire (Ca_6 . $Al_2(SO_4)_3$. (OH)₁₂. 26 H_2O). L'ettringite a la particularité d'être expansif pouvant conduire au gonflement voire l'éclatement du béton [19]. Ces sels (sels de Friedel et l'ettringite) se cristallisent dans les pores et les vides d'air proches de la surface occupant, d'une part, les espaces vides dans lequel la glace pourrait se former librement ; d'autre part, exerçant par leur précipitation dans les espaces confinés des pressions de cristallisation importantes favorisant l'écaillage des surfaces exposées [29]–[31] [19].

En outre, le rôle de ces sels dans la dégradation par écaillage a été étudié dans plusieurs études. Dans le cadre d'une étude des effets combinés des périodes d'humidification/séchage et des cycles de gel-dégel, les sels de Friedel et l'ettringite ont été détectés dans les bulles d'air par une analyse par microscopie électronique à balayage à pression de vide basse (ESEM), complétée par une analyse EDX afin de visualiser en plus gros plan la morphologie de ces cristaux formés [29]. Une expansion de mortiers de béton exposés aux cycles de gel-dégel en présence d'une solution saline à forte teneur en NaCl accompagnée d'une fissuration de l'éprouvette ont été aussi détectées par émission acoustique et par calorimétrie différentielle à balayage à basse température dans [32]. Bien que le diagramme de phase eau-NaCl conventionnel (Figure 1-4) suggère qu'aucune formation de glace ne se produirait dans les éprouvettes saturées avec une solution de NaCl à 15 % et 23,3 % en masse dans les limites du cycle de gel-dégel de [+10/-20°C] appliqué (puisque la glace ne s'est pas formée), des dégradations ont été observées.



Figure 1-4 : Diagramme de phase eau-NaCl.

Ceci a été lié à une possible formation de sels de Friedel et à la dissolution de la portlandite en présence du NaCl [32].

En outre, la relation entre les dégradations causées par l'écaillage et la précipitation des sels de Friedel est suggérée par l'observation que les bétons à base de ciments contenant des teneurs plus élevées en C_3A sont plus sensibles à l'écaillage, [30] [31] [33]. Une autre étude sur l'effet de la teneur en C_3A du ciment sur la résistance du béton au gel est donnée dans [2] dans laquelle les bétons à base de ciment à faible teneur en C_3A avaient une meilleure résistance au gel.

La prédiction de ces phénomènes a été suggérée par des tentatives de développement de modèles numériques.

2 Modélisations numériques de la dégradation du béton par l'action du gel

2.1 Modélisation de la dégradation du béton par écaillage

Suite à la formation de la glace à la surface du béton, des contraintes de traction sont développées dans la couche de glace dont l'effet varie selon la concentration en sels du liquide. La contrainte développée dans la couche de saumure d'eau pure en surface du béton pendant la phase de gel est donnée par :

$$\sigma_x = \frac{E_i(\alpha_i - \alpha_c)(T_m - T)}{1 - v_i} \tag{1-7}$$

Avec E_i et v_i le module d'Young et le coefficient de Poisson de la glace respectivement et T_m la température de fusion. La dégradation maximale par écaillage dans le cas d'une solution saline à concentration modérée (3 % de sels en masse), connue par « l'effet pessimum » a été expliqué dans le modèle du glue-spalling [19]. En présence de sels de déverglaçage, le module bi-axial de la couche composite $\frac{E}{1-v}$ est déterminé selon le pourcentage volumique v_i de glace formée dans la solution composée tel que $\frac{E}{1-v} = \frac{12 v_i}{1,8-v_i}$. *E* et *v* de la glace pure sont de 10 GPa et 0,33 respectivement. La fraction volumique de glace formée v_i à une température donnée pour des solutions salines à différentes concentrations en NaCl est donnée dans la Figure 1-5.



Figure 1-5: Fraction volumique de la glace dans une solution de NaCl en fonction de la température [34].

Un algorithme a été utilisé pour calculer la contrainte totale dans la couche de glace à une température donnée. Les contraintes développées dans la couche de la glace sont données par les courbes élastiques dans la Figure 1-6, pour des solutions à 0,01% et 3 % NaCl. Or, il a été considéré que la solution élastique fournit une surestimation de la contrainte, car le comportement de la glace est plutôt viscoélastique. Un autre calcul a été réalisé, la déformation thermique a été corrigée en soustrayant la déformation viscoélastique. Les contraintes calculées sont données en fonction de la température par la courbe viscoélastique dans la Figure 1-6, pour les deux concentrations.

La résistance à la traction moyenne de la glace pour différentes concentrations en sel est donnée dans [19]et [34] d'après [35]:

$$\sigma_t \approx 2.47 - 5.15 \sqrt{(1 - \nu_i)} \, \text{[MPa]};$$
 (1-8)

Cette équation indique que la résistance à la traction de la glace devient nulle pour une fraction volumique de glace < 0,77 %; ce qui correspond à des solutions salines initiales à fortes teneur en sels. Dans ce cas, la couche de glace est très fragile et n'exerce pas de contraintes sur le béton sous-jacent. Dans le cas d'une solution saline avec une teneur initiale en sel < 1%, la

fraction volumique de glace formée est importante et d'ailleurs les contraintes exercées sont considérées faibles pour dépasser la résistance à la traction de la couche de glace formée qui est proche de celle de la glace pure [$\approx 2.5MPa$], Figure 1-6 (gauche), on n'a pas donc de fissuration ni dans la glace ni dans le béton. Pour une solution de concentration en sels pessimum (1-3%), d'après la Figure 1-6 (droite), même la solution viscoélastique dépasse la résistance à la traction prédite par l'équation (1-8) et donc on a fissuration de la glace; ce qui provoque la dégradation de la surface du béton [10].



Figure 1-6 : Contraintes et fraction volumique de glace calculées dans une solution contenant 0,01 % NaCl (gauche) et 3% de NaCl (droite) [34].

L'écaillage du béton en présence des sels de déverglaçage a été modélisé dans [36] en se basant sur la théorie du glue-spalling à l'aide du modèle de treillis de Delft (Delft Lattice Model), sans mettre en œuvre le comportement viscoélastique de la glace décrit ci-dessus. Dans ce modèle, les fissures créées dans la glace qui se rétracte à basse température ont été modélisées en discrétisant le matériau comme un treillis composé de petits éléments de poutre (ou de ressort) transférant les forces. Chacune des poutres du treillis peut transférer des forces normales (F_j), des forces de cisaillement (Q_j) et des moments de flexion (M_j) (Figure 1-7).

Le maillage a été décomposé en des mailles triangulaires régulières 2D. Dans le cas de la simulation de l'écaillage, la charge est le retrait de la glace et l'inconnu est le déplacement

induit. Les éléments de la maille représentant la glace subissent une dilatation prédéterminée qui est transférée aux forces nodales prescrites dans les nœuds des éléments. Une analyse élastique linéaire de la maille a été effectuée.



Figure 1-7 : (a) Treillis de poutres, (b) définition des forces et des degrés de liberté, (c) relation contraintedéformation d'un élément de poutre [36].

Si la contrainte dans l'une des poutres dépasse la résistance du matériau, cette poutre se rompt virtuellement et est retirée du treillis. Ensuite, les déformations de tous les nœuds et les contraintes dans toutes les poutres ont été recalculées et comparées à nouveau avec leur résistance, ce qui peut entraîner la rupture de la prochaine poutre. L'effet de l'épaisseur de la couche de glace a été modélisé qualitativement ainsi que celui de la concentration externe en sel à l'aide de l'équation (1-8). Afin d'amplifier la dégradation par écaillage, la résistance à la traction des zones de transition interfaciale (ITZ) a été maintenue à un niveau très bas (0,1 MPa). Ceci a été fait afin de compenser la dégradation interne liée à la formation de la glace qui n'est pas incluse dans cette étude [36]. Ainsi, les mécanismes chimiques et thermodynamiques accompagnant la dégradation du béton exposé au gel dont les pressions qui se développent près de la surface engendre des expansions des pores, n'ont pas été pris en compte. En outre, le mécanisme modélisé dépend fortement du choix des propriétés locales attribuées au matériau.

2.2 Modélisation des effets des pressions développés dans la porosité des matériaux à base de ciment exposés au gel

La modélisation quantitative des mécanismes de dégradation du béton exposé au gel-dégel est relativement récente. Sur la base des travaux élaborés par Coussy [37]–[39], les modèles
poromécaniques sont de loin les plus utilisés. Nous citons le modèle développé par Fabbri et al. [40][41] basé sur le couplage entre l'équilibre thermodynamique des cristaux de glace, le transport de l'eau liquide, la conduction thermique et les propriétés élastiques des différentes phases qui forment le matériau poreux. Dans ce travail, le rôle des paramètres du matériau tels que la perméabilité, la diffusivité thermique, la distribution des rayons des pores et la connectivité sur le comportement mécanique du matériau cimentaire soumis à l'action du gel a été étudié. Il a été montré que l'action des sels de déglaçage n'est pas le seul phénomène qui produit l'écaillage de la surface du béton exposée. Cette dégradation a été expliquée par une localisation de la surpression des pores près de la surface de la peau entraînant des contraintes de traction importantes. L'effet de cette surpression est de plus en plus important dans le cas de béton à faible perméabilité.

En revanche, l'approche poromécanique appliquée à un milieu équivalent homogène ne permet pas de prendre en compte les effets des mécanismes qui se passent à l'échelle locale des phases de la pâte de ciment. Une première approche a été développée par Grondin [42] dans laquelle les mécanismes des pressions internes qui accompagnent la transformation de l'eau en glace ont été considérés. L'ordre de grandeur des déformations modélisées n'était pas en accord avec ce qui était observé expérimentalement même si l'endommagement a été suivi qualitativement dans la pâte de ciment. Une représentation explicite du réseau poreux en utilisant des microstructures virtuelles de la pâte de ciment hydratée a été présentée dans les travaux de Liu et al [43]. La microstructure a été générée par le modèle d'hydratation HYMOSTRUC3D. Les mécanismes de pressions internes dans les pores ont été explicitement modélisés. Cependant, le volume des mésopores a été surestimé dans cette approche ce qui a conduit à une surestimation de la déformation et de la saturation en glace. Une revue bibliographique de plusieurs méthodes de modélisation avec les limites de chacune a été présentée dans [44]. La modélisation du comportement des matériaux cimentaires à basse température est si difficile que plusieurs paramètres ont dû être négligés. En effet, on observe plusieurs mécanismes thermiques, mécaniques, chimiques et hydriques mais il n'est pas possible de définir dans quel ordre ils surviennent dans les matériaux. Par exemple, lors des phases de gel et de dégel, les dilatations de l'eau, de la glace et de la matrice cimentaire ont des effets différents. Au cours du gel, tant que la température est supérieure à 4°C, l'eau se contracte. En-dessous de 4°C, l'eau se dilate dans les pores, son coefficient d'expansion thermique étant négatif (le produit $\alpha\Delta T$ est donc positif). Lorsque la température augmente (dégel jusqu'à 4°C) la déformation thermique de l'eau devient négative. En même temps, la dilatation thermique de la pâte de ciment a une déformation thermique inversée. Ceci a été décrit dans [44]. D'où l'importance de prendre en compte les dilatations thermiques de chaque composant du matériau. Néanmoins, un modèle complet basé sur toutes les théories du gel pour prédire le comportement des matériaux cimentaires soumis aux cycles de gel-dégel reste à développer [44].

En ce qui concerne la modélisation de la dégradation aux échelles mortier et béton, peu de modèles existent chacun basés sur une méthode différente. La méthode des éléments discrets a été utilisée dans les travaux de Si et al. [45]. Les effets des dégradations causées par le geldégel sur les propriétés mécaniques du béton ont été caractérisés en suivant la force de contact entre les particules et le développement des fissures à l'échelle mésoscopique. Un modèle d'endommagement a été utilisé par [46] dans lequel d'endommagement a été lié à une modification de la structure poreuse du béton exposé au gel. Les caractéristiques du réseau poreux ont été mesurées par la porosimétrie mercure avant et après l'exposition au gel-dégel. L'endommagement a été évalué par le calcul de la réduction de la surface portante effective suite à la formation des modifications de la porosité. Toutefois, ces modèles ne modélisent pas explicitement les effets des pressions développées sous l'action du gel.

Dans ce travail, l'approche basée sur un modèle d'endommagement mécanique développé par Rhardane et al. [47], [48] a été retenue. Les différentes pressions induites par l'action du gel ainsi que les dilatations thermiques des différentes phases de la pâte de ciment sont prises en compte explicitement dans le modèle. Ceci a permis d'étudier leur effet localement à l'échelle de la pâte de ciment en distinguant le comportement mécanique des différentes phases et leurs interactions. L'étude de l'effet des différents paramètres impliqués dans les mécanismes de dégradations à l'échelle de la pâte de ciment par le gel (de l'état de saturation, du rapport E/C, concentration en sels) a été réalisée. Un passage aux échelles supérieures (mortier-béton) a été effectué dans le cadre de ce travail. Le modèle complet est présenté dans le chapitre 2 et est publié dans [48][49] (joint en Annexe I).

3 Contexte Normatif

Vu la complexité des mécanismes de dégradation du béton par le gel, afin d'augmenter la résistance matériau exposé aux conditions sévères et protéger l'usager, un contexte normatif a été développé. Des méthodes d'essai normatives ont été formulées permettant une évaluation de la résistance du matériau cimentaire exposé, dans notre cas au gel-dégel, avec ou sans présence de sels de déverglaçage.

3.1 Méthodes d'essais normatives pour caractériser la dégradation du béton exposé au gel-dégel

Plusieurs méthodes d'essai sont utilisées pour évaluer la résistance du béton au gel. Elles diffèrent entre-elles dans les points suivants :

- la période de durcissement et conservation du béton,
- la forme et les dimensions des éprouvettes
- le type de la surface d'essai (surface qui est en contact avec le milieu de congélation).
 Cette surface pourrait être la surface sciée, la face fond du moule ou la face moulée.
 Dans certains essais, les éprouvettes sont complétement immergées.
- Les paramètres du cycle de gel-dégel (durée, températures maximale et minimale, vitesses de refroidissement et de réchauffement)
- le système de refroidissement et de réchauffement (par l'eau ou par l'air),
- la fréquence des cycles thermiques.

Dans cette thèse, les méthodes de caractérisation de la dégradation du béton par écaillage, en présence de sels de déverglaçage, sont uniquement considérées.

A l'échelle européenne, les méthodes d'essai sont décrites dans le CEN/TS 12390-9 [50]. Le Slab test constitue la méthode de référence, le Cube Test et le CDF Test (Capillary suction of De-icing solution and Freeze thaw) sont les deux méthodes alternatives. En France, la norme

XP P18-420 [51] est utilisée. Ces méthodes d'essai sont basées sur une multitude de cycles thermiques de [+20°C/-20°C] dont la seule caractéristique commune est l'amplitude totale de température (amplitude du pic de T_{max} au pic de T_{min}) de 40°C, sauf pour le Cube Test allemand le cycle est [+20°C/-15°C] avec une amplitude totale de 35°C, sur une période de temps de 24h, sauf pour le CDF Test, sur une période de 12h. Ces conditions induisent des vitesses de gel variables, allant de 1,5°C/h (Cube Test allemand) à 10°C/h (CDF Test). Les cycles de gel-dégel des méthodes citées sont donnés dans la Figure 1-8. T_x et T_n représentent les bornes des températures maximales (T_{max}) et minimales (T_{min}), respectivement des fuseaux de tolérance définis dans chaque essai.





Figure 1-8 : Cycles de température imposés dans les méthodes d'essai du Slab test, XP PP18-420, CDF test et le cube test.

La Table 1-1 regroupe les principales caractéristiques de ces essais du CEN/TS 12390-9 et de la norme française XP P 18-420.

Paramètres de l'essai	Slab test	CDF-Test	Cube Test	XP P 18-420
Mode de cure suite au	- Dans l'eau (6 jours)	- Dans l'eau: (6 jours)	- Dans l'eau: 6 jours	- Dans l'eau : (13±1 jours)
décoffrage et mode de pré-	- à 65% HR et T=20°C	- à 65% HR et T=20°C	- à 65% HR et T=20°C	- à 65% HR et T=20°C (14±1
saturation	(jusqu'à l'âge de 21 jours).	(jusqu'à l'âge de 21 jours).	(jusqu'à l'âge de 21 jours).	jours)
	-Percolation gravimétrique :	- Aspiration capillaire : 5	- Immersion totale dans une	-Percolation gravimétrique :
	3mm d'eau déminéralisée	mm par une solution à 3%	solution à 3% NaCl (pendant 1	3mm d'eau du robinet (pendant
	(pendant 72h).	NaCl préparée avec de	jour.)	72h).
		l'eau de robinet (pendant 7		
		jours).		
Dimension de l'éprouvette	-150×150×50 mm ³	- 150×150×70 mm ³ .	-Cubes 100×100×100 mm ³	-150×150×70 mm ³
d'essai ($l \times d \times h$)	-Surface sciée	-Surface moulée (surface de	-Cube entièrement immergé	- Surface du fond de moule
Surface d'essai		la plaque de PTFE)		
Nombre d'éprouvettes	4 (à partir de cubes différents)	5	4	4 (à partir de cubes différents)
Age au début de l'essai	31 jours	35 jours	28 jours	31 jours
Direction de la méthode	- Unidirectionnelle	- Unidirectionnelle	- Toutes les directions	- Unidirectionnelle
d'essai	- Milieu réfrigérant en surface	- Milieu réfrigérant (5mm)	- cubes recouverts de liquide	- Milieu réfrigérant en surface
	(3mm).		d'essai (25±5) mm.	(3-5mm)
Nombre de cycles et	56 cycles	56 cycles	56 cycles	56 cycles
durée/cycle	24h/cycle	12h/cycle	24h/cycle	24h/cycle

Table 1-1 : Table donnant les caractéristiques des méthodes du CEN/TS 12390-9 et du XP P18-420.

Paramètres de l'essai	Slab test	CDF-Test	Cube Test	XP P 18-420
$\theta_{\max}/\theta_{\min},$	+20/-20 °C	+20/-20 °C	+20/-15 °C	+20/-20 °C
$ au_{ m gel}, \ au_{ m dégel}.$	$\theta_{\text{refroidissement}} = -5,6^{\circ}\text{C/h}, \ \theta_{\text{gel}} =$	θ_{gel} = -10°C/h	θ_{gel} = - 1,5°C/h	$\theta_{\rm gel}$ = - 4°C/h
	- 1,9°C/h, $\theta_{dégel}$ = + 5°C/h	$\theta_{\text{dégel}}$ =+10°C/h	$\theta_{dégel} = +11,7^{\circ}C/h$	$\theta_{dégel} = +8^{\circ}C/h$
Palier à T _{min}	4h à T _{min}	3h à T _{min}	2h à T _{min}	4h à T _{min}
-Critères d'évaluation	- Collecte des masses écaillées	- Collecte des masses	- Détermination de la quantité	- Collecte des masses écaillées
-Echéances	<i>m</i> après 7, 14, 28, 42 et 56	écaillées <i>m</i> après 4, 6, 14 et	cumulative de produit détartré	<i>m</i> après 7, 14, 28, 35, 42, 49 et
-Seuils	cycles de gel-dégel	28 cycles	séché à (110 ±10) °C ; (% de	56 cycles de gel-dégel
	- Rinçage de la surface à l'eau	- Détartrage par immersion	réduction sur 2 cubes séchés à	- Rinçage de la surface à l'eau
	du robinet à l'aide d'un flacon	du récipient de test dans le	l'air à 27 j) après 7, 14, 28, 42	du robinet à l'aide d'un flacon
	pulvérisateur et d'une brosse,	liquide de contact d'un bain	et 56 cycles de gel-dégel	pulvérisateur et d'une brosse,
	-Séchage à (110±10) °C;	à ultrasons, nettoyage par	- Contrôle visuel : fissures ou	-Séchage à (110±10) °C;
	- Calcul des pertes cumulées	ultrasons pendant 3	autres changements	- Calcul des pertes cumulées
	$(\sum_i m_i)/S$ en kg/m²	minutes.	importants, et si la perte se	$(\sum_i m_i)/S$ en kg/m ²
	-Pas de seuils définis	-Séchage à (110±10) °C;	situe sur les surfaces ou sur les	- $(\sum_{28} m_i)/S$ <750 g/m ²
		- Calcul des pertes	bords.	
		cumulées ($\sum_i m_i$)/S en	- Décalaminage du matériau	
		kg/m²	par brossage légère pression	
		$-(\sum_{28} m_i)/S < 1500 \text{ g/m}^2$	écaillage < 10% en masse	
			après 100 cycles	

A l'échelle internationale, la norme québécoise NQ 2621-900 [52] consiste à tester des prismes $280 \times 230 \times 75$ mm. La période de cure consiste à conserver les éprouvettes 14 jours à 100% d'humidité relative (HR) suivis de 14 jours à 50% HR. Ensuite 56 cycles de gel-dégel de 24h chacun sont appliqués tel que la phase de gel dure 16±1 h dont un minimum de 7 h et un maximum de 12 h à -18°C et celle de dégel s'étend sur 8±1h à 23°C. La masse cumulative des débris après 56 cycles doit être < 500 g/m². La méthode standard américaine ASTM C672 [53] consiste à vérifier l'aspect visuel de la surface à intervalles réguliers de cinq cycles en plus de la mesure des masses écaillées. Les éprouvettes sont surmontées de 6 mm d'une solution de chlorure de sodium (CaCl₂) au cours de l'essai. La phase de gel s'étale sur 16 à 18 heures à une température de -18±2 °C. À la fin de cette période, les éprouvettes peuvent être placées à l'air dans le laboratoire à 23±2 °C et à HR de 45 à 55 % pendant 6 à 8 heures. La norme suisse SIA [54] consiste à exposer le béton à 28 cycles, de 12h chacun, allant de +15 à -15°C. Les éprouvettes d'essai sont conservées dans l'eau jusqu'au début des cycles. Elles sont configurées par des moules permettant de garantir des surfaces d'essai égales. Les mesures sont réalisées sur 3 éprouvettes en considérant la face moulée.

3.2 Définition d'un cycle de gel-dégel

En termes généraux, un cycle thermique est une fluctuation de la température autour d'une valeur moyenne entre deux valeurs extrêmes. Les valeurs extrêmes sont atteintes périodiquement avec le temps. En d'autres termes, un cycle thermique de gel-dégel passe par la valeur moyenne (0°C) deux fois par cycle, une fois par direction, en gel et en dégel [55].

3.2.1 Paramètres du cycle de gel-dégel

Pour le cycle normatif de gel-dégel de [+20/-20°C], les paramètres sont présentés dans la Figure 1-9 et sont: i) l'amplitude totale correspondant à l'amplitude thermique du cycle $\theta_{max} - \theta_{min}$: 40°C, ii) valeur moyenne = 20°C, du pic à 0°C, iii) la durée du cycle thermique: 24 h ou 12 h (sauf pour le CDF test) et iv) taux de gel τ_{-} (°C/h): entre -2 et -10°C/h, v) taux de dégel τ_{+} (°C/h) entre +5 et +11,5 °C/h. En plus de ces paramètres, la durée à la température minimale h_{min} doit être prise en compte. De nombreux chercheurs ont tenté de clarifier les effets de chaque paramètre du cycle thermique sur les mécanismes de dégradation par écaillage.



Figure 1-9 : Paramètres d'un cycle [56].

3.2.2 Etude des effets des paramètres du cycle de gel-dégel

L'étude paramétrique menée par Lindmark [16] sur l'influence des paramètres du cycle sur la dégradation du béton exposé au gel-dégel est parmi les plus connues. Lindmark effectue un essai en appliquant, sur une même formule de béton, cinq cycles qu'il nomme A, C, D, E et F (Table 1-2). Pour chaque cycle, trois éprouvettes ont été testées selon le Slab Test. Dans cette étude, les effets du taux de gel et de la température minimale ont été particulièrement considérés :

- Pour un même taux de gel τ_{-} = -5.5 °C/h, l'influence de la température minimale était mineure en comparant les résultats d'écaillage avec le cycle A (θ_{min} = -7°C) à ceux avec le cycle C (θ_{min} = -14°C). Par contre, le passage à une température θ_{min} = -22°C (cycle E) a mené à un écaillage beaucoup plus important. Ceci parce que la baisse de température engendre le gel des pores de plus en plus fins, qui à leurs tours induisent des pressions importantes sur les parois du réseau poreux. En effet, il a été rapporté que l'écaillage diminue si on augmente la température minimale de -18°C à -16°C plus que dans le cas où l'on passe de -13°C à -11°C [56][57]. En outre, il a été montré dans [15] que la température de -20°C appliquée comme température minimale dans le slab test produit deux fois plus d'écaillage que la température de -10°C. Nous concluons que le niveau de dégradation s'intensifie avec l'abaissement de θ_{min} , or au-dessus de -10°C l'écaillage devient expérimentalement inexistant selon [56], [19], [58] [15].

Concentration	Α	С	D	Ε	F
de sel extérieure	-5.5°C/h	-5.5°C/h	-2°C/h	-5.5°C/h	-2°C/h
[%]	-7°C	-14°C	-14°C	-22°C	-22°C
3	0.20 kg/m ²	0.38 kg/m ²	0.45 kg/m ²	1.79 kg/m ²	0.58 kg/m ²

Table 1-2: Table donnant les résultats d'écaillage pour les différents cycles [16].

- Pour une même température minimale θ_{min}= -14°C, l'effet du taux de gel a été peu visible en comparant les résultats d'écaillage obtenus avec les cycles C (τ₋= -5.5 °C/h) et D (τ₋= -2 °C/h). Pourtant l'augmentation du taux de gel pour une température minimale θ_{min}= 22°C a engendré plus d'écaillage ; ceci était le cas des résultats obtenus avec les cycles E (τ₋= -5.5 °C/h) et F (τ₋= -2 °C/h), où le taux d'écaillage a été trois fois plus grand dans le cas du cycle E à phase de gel rapide. Un effet identique de l'augmentation du taux de gel sur le taux d'écaillage a été aussi retrouvé dans les travaux de [17] et [57].
- En revanche, cet effet du taux de gel sur le taux d'écaillage n'était pas le même dans [59] et [15]. Dans [59] l'essai a été réalisé selon la configuration du CDF test. Le but était d'étudier l'effet du taux de gel sans changer la durée de la période à température minimale et de comparer ce résultat avec l'écaillage à un temps variable à la température minimale avec le même taux de gel. Trois éprouvettes ont été considérées pour chaque essai. La vitesse de dégel était identique pour tous les cycles appliqués, la température minimale a été fixée à -18°C. Comme résultats obtenus, l'écaillage des bétons sans air entraîné à un nombre donné de cycles a augmenté en réduisant la vitesse de gel (toujours avec une température minimale de -18°C) et en prolongeant la période à la température minimale. Ceci a été expliqué par le fait que le temps passé à geler l'échantillon devrait être important puisqu'un mécanisme osmotique implique un transport de masse qui nécessite du temps. De plus, un gel suffisamment lent pourrait conduire à l'accumulation de pressions perturbatrices selon [8] [11]; ce qui a pour conséquence d'augmenter l'écaillage. Il a été également constaté qu'une réduction de la vitesse de refroidissement entraîne un écaillage plus important qu'une prolongation du temps à la température minimale (augmentation de h_{min}) lorsque celle-ci avait été atteinte par un taux de gel rapide. Pourtant, aucun effet

significatif des différents paramètres des cycles de gel/dégel sur l'écaillage n'a pu être remarqué sur les bétons avec air entraîné [59].

 Concernant l'effet de la phase de dégel, à notre connaissance, aucune étude n'est disponible sur l'influence de ce paramètre sur la dégradation du béton par l'écaillage.

Les différentes constatations obtenues dans les différentes études passées en revue, notamment en ce qui concerne l'effet du taux de gel, nous montrent que les conditions thermiques restent en pratique très variables d'une chambre climatique à l'autre et d'un laboratoire à l'autre dans la procédure d'essai, ce qui induit une dispersion des résultats. En outre, l'analyse de cette étude permet de se positionner, vis-à-vis de la sévérité du cycle thermique appliqué dans la méthode du slab test européenne du CEN/TS 12390-9 ainsi que la méthode française XP P18-420, notamment en ce qui concerne l'effet de la température minimale.

3.3 Etude de la fiabilité des essais d'écaillage actuels

Si les méthodes d'essai pour estimer le gel interne sont fiables avec de bonnes corrélations entre les paramètres de conception du mélange (pourcentage d'air entrainé et répartition homogène du réseau de bulles d'air, [6], [60]–[64]), les effets de la période de cure et les performances en termes de résistance au gel, les méthodes d'essai évaluant la résistance à l'écaillage restent peu fiables en raison de la faible fidélité des données ([33], [65][66]) évitant leur reconnaissance en tant que méthodes d'essai normalisées mais en tant que spécifications techniques [50]. Ceci a suscité des études comparatives d'une part entre les résultats d'évaluation de ces différentes méthodes d'essai et d'autre part entre les résultats d'écaillage du béton testé au laboratoire et son comportement quand il est exposé à des conditions réelles de gel-dégel.

3.3.1 Etudes comparatives des différentes méthodes d'essai

La comparaison des résultats des différentes méthodes d'essai est complexe au vue des différences dans les paramètres de chacune, telle que la période de cure, les dimensions des éprouvettes testées et le type de la surface d'essai, le nombre de cycles imposés ainsi que les paramètres du cycle thermique, ... En outre, les résultats quantitatifs de ces essais sont difficilement comparables avec les différentes valeurs limites d'évaluation : le test CDF à 1,5 kg/m², résultats exprimés en pourcentage dans le cas du cube test, pas de valeurs limites précisées dans le document CEN/TS

12390-9 pour le slab test, pourtant une valeur usuelle de 0,6 kg/m² est souvent adoptée, identiquement à la valeur seuil précisée dans la norme française XP P18-420.

Une étude récente menée par [67] montre la dispersion des résultats de mêmes formulations de béton selon la méthode d'essai utilisée. La Figure 1-10 montre les résultats d'écaillage de huit formulations de bétons. Les résultats de l'essai du cube test allemand exprimés en pourcentage (%) de perte de masse sont difficilement comparables à ceux du slab test et du CDF test. Toutefois, la formulation avec le CEM II/A-LL donne plus d'écaillage avec le



Figure 1-10: Comparaison des résultats des essais d'écaillage proposés dans la prEN/CEN TS 12390-9 d'après les travaux de [67].

CDF test qu'avec le slab test. Elle a été qualifiée non résistante à l'issu du CDF test et résistante selon le slab test pour un seuil de 0.6 kg/m^2 .

Dans une autre étude réalisée par [68] et cité dans [56], les résultats d'écaillage obtenus par le CDF test ont été trois fois plus importants que ceux obtenus avec le slab test après 28 cycles de gel-dégel sur le même béton. Pourtant, des détails concernant la procédure de l'essai et les types de bétons testés n'ont pas été donnés dans cette étude. De plus, la relation linéaire entre les résultats du CDF et du Slab n'a pas été retrouvée dans [67].

3.3.2 Etudes comparatives des résultats des essais d'écaillage sur site et en laboratoire

Une étude a été menée en Suède [69]–[71] dans le but de comparer les résultats des essais de performance sur le terrain et en laboratoire pour une gamme de mélanges de béton préparés avec différents types de liants, après 10 ans d'exposition. Les éprouvettes ont été placées le long de l'autoroute entre Göteborg et Boras (Figure 1-11), où l'exposition au sel est considérée comme sévère (l'application de sels de déglaçage suit les procédures des autorités routières suédoises). Pour les essais de laboratoire, la méthode d'essai SS 13 72 44, qui correspond à la méthode de référence de l'essai du slab test du CEN/TS 12390-9, a été appliquée.



Figure 1-11 : Localisation d'échantillons de 150 x 150 x 70 mm³ sur le site (à gauche) et une photo du site en un jour hivernal [71].

Après dix hivers d'exposition sur le terrain, il a été constaté que les mélanges testés ne présentaient pas ou très peu de dommages visibles à la surface (classification "1" sur une échelle de 0 à 5 selon [71]), indépendamment des résultats de l'évaluation en laboratoire. Cependant, certaines éprouvettes de laboratoire ont montré des niveaux significatifs d'écaillage en fonction du type de ciment utilisé, du rapport eau-sur-ciment (E/C) et du pourcentage d'air entraîné dans la conception du mélange.









Même si le slab test permet d'identifier correctement les qualités présentant une faible résistance au gel [72], il apparaît qu'aucune bonne corrélation n'a été détectée entre les résultats de laboratoire et les performances sur le terrain, même après 10 ans d'exposition pour les bétons de qualité bonne ou intermédiaire dans cette étude. Ainsi, de nombreux bétons qui échouent en laboratoire pourraient avoir une très bonne durée de vie (Figure 1-12).

La raison du manque de corrélation entre les résultats d'écaillage au laboratoire et celles sur site a été attribuée par les auteurs de cette étude au degré excessif de saturation des échantillons de laboratoire par rapport aux conditions de terrain. En situation réelle, les surfaces en béton sont soumises à des cycles de séchage/humidification dus aux effets simultanés du rayonnement solaire et de la pluie. Or, imposer un état de saturation qui ne sera jamais atteint dans les conditions réelles produit des dommages irréalistes du matériau testé [62].

Par ailleurs, le cas des bétons à base de liants à fortes teneurs en laitiers a été particulier. Des divergences entre les performances sur site et en laboratoire ont été identifiées sur des éprouvettes de béton conçues avec des liants à réaction lente (tel qu'il est le cas du laitier) [72]. Deux qualités de béton ont subi des dégradations considérables sur le terrain après seulement trois saisons d'hiver d'exposition. Cependant, ils ont été considérés comme résistants lorsqu'ils ont été testés en laboratoire [72]. Ce résultat a été attribué à l'effet négatif de la carbonatation des bétons contenant une grande quantité de laitier dans leurs liants suite à la formation de carbonates instables qui fragilisent la surface exposée. Les échantillons de laboratoire n'ont été soumis à l'air que pendant quelques jours (au cours des périodes de séchage), alors que le béton sur le terrain a été continuellement carbonaté. Ceci a mis en évidence la nécessité de proposer une méthode capable d'identifier correctement les différentes qualités de béton.

Par ailleurs, une autre raison expliquant le manque de corrélation entre les essais de performance en laboratoire et les conditions réelles de gel/dégel peut être attribuée au cycle thermique imposé lui-même. Cependant, ce paramètre a été négligé dans l'ensemble de ces études. Comme les méthodes d'essai d'écaillage sont basées sur un cycle thermique de [+20/-20 °C], donc de 40°C d'amplitude, elles sont donc censées prendre en compte toutes les contraintes thermiques affectant l'intensité de la dégradation et être représentatives d'un climat de gel sévère. Cependant, une justification scientifique du choix des valeurs extrêmes du cycle normatif n'est pas explicitement mentionnée dans aucun des documents normatifs et résulte d'un consensus

datant des années 1990 [73] basé principalement sur le fait que le taux d'écaillage est d'autant plus fort que la température minimal est basse. De plus, ces températures extrêmes sont probablement définies pour certaines considérations pratiques: une température de +20°C est nécessaire pour obtenir un dégel complet des échantillons et -20°C est définie par la plage de stabilité de la capacité calorifique de l'eau [61]. Pourtant, ceci doit correspondre aux conditions hivernales des pays nordiques ou à l'environnement montagneux de l'Europe occidentale et centrale, c'est-à-dire l'arc alpin en Suisse, en Italie, en Allemagne et en France.

s'avère En revanche, il que les dégradations dues à l'écaillage par le geldégel se produisent dans des conditions climatiques locales beaucoup plus douces les conditions que conventionnelles de laboratoire [62], Les [72]. [74]. [75]. conditions climatiques ont été rapportées au cours de l'étude et montrent que la température minimale enregistrée pendant la saison hivernale de 1997-1998 n'a pas atteint -



Figure 1-13 : Mesures de température et de l'humidité relative sur site au cours de l'hiver 1997-1998 [74].

20°C (Figure 1-13), de plus le cycle de [-20/+20 °C] n'a jamais été détecté.

Il a été reconnu dans [76] que l'application des méthodes d'essai du TS 12390-9 est très sévère et que dans certains états membres du CEN, l'application de ces essais provoquera la défaillance de bétons ayant un long historique d'utilisation satisfaisante. Une divergence importante entre les conditions thermiques réelles de gel-dégel et celles imposées au laboratoire a été constatée également dans les travaux de [75]. Selon Kaufmann [75], ceci peut engendrer des mécanismes d'endommagement différents. En fait, le niveau de dégradation s'intensifie avec l'abaissement de la température, la glace se forme dans des pores plus petits selon l'équation Gibbs-Thomson [49], ce qui conduit à des dégradations plus graves en raison des pressions induites. De plus, les taux de gel et de dégel que les éprouvettes subissent à l'intérieur de la chambre climatique sont deux à trois fois supérieurs aux valeurs réalistes. Par conséquent, il a été conclu par [75] qu'un échantillon ayant

une microstructure qui présente une bonne tenue au gel suite aux essais de laboratoire présentera également un bon comportement sur site, mais sans doute pas nécessairement l'inverse.

En France, une première expérience qui consiste à étudier le comportement du béton exposé au gel-dégel tout en caractérisant les conditions thermiques réelles qu'il subit sur site a été réalisée dans le cadre du projet BRITE en 1992 [77]. Cependant, l'étude souffrait d'une faible caractérisation de l'environnement naturel, contrairement aux conditions de laboratoire bien maitrisées. De manière indépendante, dans le cadre des travaux de GRA (Groupe Rhône-Alpes) regroupant les industriels de la région (VICAT et Scetauroute) autour des laboratoires de l'Equipement de l'Etat (Lyon, Annecy et Grenoble), des premières mesures in-situ ont été effectuées. Ainsi, un bloc de béton équipé de thermocouples a été placé au Centre d'Etude de la Neige de Météo-France situé dans le massif de la Chartreuse près de Grenoble, à une altitude de 1416 m. En raison d'un manque de caractérisation de l'environnement naturel, l'interprétation des données de température enregistrées a été limitée et n'a pas conduit à des conclusions pertinentes [78]. Cependant, une évaluation de la réponse thermique du béton exposé doit être réalisée dans son environnement naturel lui-même caractérisé aussi largement que possible afin d'interpréter le signal de température en termes de paramètres météorologiques influençant la réponse thermique du béton.

3.3.3 Essai Round Robin européen

Deux essais Round Robin (RRT) incluant une dizaine de laboratoires européens ont été effectués dans les années 1990. Les résultats ont montré des niveaux de fiabilité médiocres [79][65][66]. Plus récemment, un essai RR a été conduit par le comité de normalisation CEN/TC51/WG12/TG4 dans le but de caractériser les conditions de fiabilité de l'essai du Slab Test. Ceci a été organisé en 2018 avec quatre laboratoires représentant des organisations industrielles Françaises (CERIB et SigmaBéton de l'entreprise VICAT), Allemagne (VDZ) et Suisse (TFB). Deux formulations de béton ont été considérées : un mélange conçu « modérément résistant » à l'écaillage (plage d'écaillage visée : 200-500 g/m²) et un autre « modérément non-résistant » (plage visée : 800-1100 g/m²), considérant 600 g/m² comme valeur seuil dans les deux cas. Les échantillons de chaque formulation ont été produits à partir d'une poutre coulée dans un même laboratoire ; ceci dans le but de réduire la dispersion du processus de fabrication. Les formulations de béton testées dans l'essai sont données en Annexe II.

Axés sur la reproductibilité et en supposant des mélanges de béton aussi homogènes que possible, les résultats exprimés en valeurs moyennes (Figure 1-14) ont montré une dispersion dépendant des laboratoires :

Le béton résistant (XF4) : Tous les laboratoires ont donné la même classification correcte:
 « béton résistant ». Cependant, les résultats étaient dispersés en dehors (et précisément en dessous) de la fourchette cible prédéfinie, à savoir plage d'écaillage visée : 200-500 g/m².



Figure 1-14 : Résultats d'écaillage des deux formulations de béton au cours des 56 cycles de gel-dégel de l'essai Round-Robin du CEN/TC51/WG12/TG4 entre les 4 laboratoires Européens (données non publiées).

Béton moins résistant (XF2) : Tous les laboratoires ont donné la même classification correcte : « béton non résistant ». Cependant, avec une grande dispersion entre les laboratoires. Tous les résultats, à l'exception d'un laboratoire, ont montré un échelonnement plus important que celui attendu selon la fourchette prédéfinie 800-1100 g/m².

Malgré le soin apporté dans les étapes de préparation et de cure des éprouvettes, le coefficient de variation des résultats inter-laboratoires a été important, de l'ordre de 70%, pour les deux formulations du béton testées (Figure 1-15) ce qui exprime une grande dispersion des résultats inter-laboratoires.



Figure 1-15 : Evolution du coefficient de variation calculé sur les résultats des 4 laboratoires au cours des 56 cycles de gel-dégel, pour les deux formulations de béton testées (données non publiées).

Les résultats de cet essai ont montré que le béton présente un comportement très sensible en matière de résistance à l'écaillage. Ce comportement particulier pourrait expliquer la difficulté de définir un mélange ayant une résistance moyenne à l'écaillage, malgré les connaissances avancées sur les paramètres de premier ordre influençant la résistance au gel-dégel d'un béton traditionnel (tel que le rapport E/C, l'effet de l'air entraîné, le type du ciment, les ajouts cimentaires ainsi que les effets des étapes de stockage et de mise en œuvre rapportées dans plusieurs études dont celles de [41] [56][4]). D'ailleurs, il a été communément admis depuis 2012 par tous les praticiens que les données de fidélité pour un béton très résistant à l'écaillage (S <200g/m²) sont excellentes, et que les données de fidélité pour un béton très peu résistant (S>1000g/m²) sont mauvaises mais tellement éloignées de la valeur seuil (600g/m²) que cela n'a pas d'importance, n'impactant pas la classification finale. En outre, il s'est avéré que des classes de résistance à l'écaillage ne peuvent pas être fixées. L'essai dans son état actuel correspond ainsi au concept des essais relatifs et de critères de réussite/échec ou ce qu'on nomme « pass /fail ».



Figure 1-16 : Mesures de température dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte d'un laboratoire (données non publiées du CEN/TC51/WG12/TG4, communications personnelles).

dispersion dans Une grande les conditions thermiques imposées dans les enceintes climatiques du laboratoire a été détectée au cours des essais, bien que les températures mesurées étaient globalement conformes aux recommandations du Slab Test. Pour une période donnée dans la phase de gel, l'écart de température peut atteindre jusqu'à 12°C, comme il est montré dans la Figure 1-16. Compte tenu de la grande dispersion du cycle thermique effectif appliqué à chaque échantillon dans l'enceinte climatique, le comité a insisté sur l'importance

d'apporter un grand soin au contrôle et au suivi du cycle de gel-dégel auquel le béton est exposé pendant l'essai.

4 Bilan

Une revue des différentes théories et modèles existants pour caractériser les mécanismes de dégradation du béton exposé aux gel-dégel a été présentée. Si la dégradation du béton par dégradation interne pourrait être caractérisée par la complémentarité des théories des pressions internes, la dégradation du béton par écaillage n'est pas encore complètement expliquée. De plus, la complexité des mécanismes limite les modèles numériques développés. Une approche micromécanique a été présentée dans laquelle les pressions accompagnant la formation de la glace dans la porosité ont été explicitement modélisées.

Par ailleurs, des études comparatives des performances du béton exposé sur site à celles obtenues au laboratoire ont été présentées. Il s'avère que de nombreux bétons qui échouent en laboratoire peuvent avoir une très bonne durée de vie sur le terrain. En plus de l'état de saturation du matériau plus important au laboratoire que sur site, la dégradation du béton par le gel s'effectue dans des conditions climatiques plus douces que celles considérées dans les essais normatifs imposant le [+20/-20°C]. Ainsi, la représentativité du cycle thermique de la méthode d'essai de durabilité au gel-dégel peut être raisonnablement remise en question. Cependant, ceci nécessite une caractérisation complète de la réponse thermique du béton exposé à son environnement naturel de gel, ce qui est absent dans la littérature.

Finalement, il a été évoqué qu'il existe un manque de fiabilité (répétabilité et reproductibilité) des essais normatifs d'évaluation de la résistance du béton à l'écaillage en vue de la dispersion des résultats obtenus sur les éprouvettes testées.

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes expérimentales et numériques

Dans ce chapitre, nous exposons la formulation du béton de référence étudiée, ses propriétés, ainsi que celles des différents constituants. Nous présentons également la méthode de configuration des éprouvettes ainsi que la méthode adoptée pour la mesure des masses écaillées. L'analyse numérique s'est révélée aussi être une partie importante de ce travail. D'abord, une approche multi-échelles a été développée pour la modélisation des déformations des matériaux à base de ciment exposés aux cycles de gel-dégel. Puis, un modèle thermique a été exploité pour identifier les flux thermiques au sein du béton exposé en conditions climatiques réelles.

1 Présentation du programme expérimental

Le programme expérimental adopté est présenté dans la Figure 2-1. Dans un premier temps, une campagne de référence a été menée consistant à réaliser des essais d'écaillage au laboratoire en imposant le cycle de gel-dégel normatif de [+20/-20°C]. Ceci dans le but de caractériser les conditions des essais normatifs actuels ainsi que pour étudier la pertinence technique du cycle imposé. Ces études sont présentées dans le Chapitre 3. En parallèle, une campagne expérimentale a été menée au Mont Aigoual en France dans le but de caractériser la réponse du béton exposé aux conditions climatiques réelles représentatives d'un milieu modéré ou sévère. Ceci afin d'étudier la représentativité du cycle normatif de [+20/-20°C] vis-à-vis des conditions réelles de gel-dégel. Une étude des évolutions de température dans d'autres régions été également réalisée afin de confirmer les résultats de la campagne du Mont Aigoual. Ceci est présenté dans le Chapitre 4. Elles ont servi à définir les conditions réelles de gel-dégel auxquelles le béton est exposé dans un pays à climats modérés ou sévères. Sur la base de ces dernières études, un cycle alternatif plus pertinent et représentatif de ces conditions est ainsi proposé dans le Chapitre 5. Dans ce dernier chapitre, il est proposé un protocole d'évaluation de la résistance du béton à l'écaillage en présence de sels de déverglaçage en imposant le cycle proposé. Les résultats ont été comparés avec ceux obtenus en imposant le cycle normatif actuel (de [+20/-20°C]). Un essai d'inter-comparaisons incluant deux laboratoires Français et deux laboratoires Suisses a été réalisé en imposant le cycle proposé, (cf. Chapitre 5).



Figure 2-1 : Schéma représentant le programme expérimental.

2 Formulation du béton de référence étudié

La formulation du béton de référence étudié est présentée dans la Table 2-1. Il est considéré comme « peu-résistant » à l'écaillage (selon les recommandations pour la durabilité des bétons durcis soumis au gel [80]) pour permettre d'obtenir des résultats exploitables dans un temps raisonnable d'une période hivernale. Les adjuvants ajoutés sont des réducteurs d'eau et un entraîneur d'air.

Formule Béton	Poids (en kg) pour 1m ³
Ciment – VICAT MONTALIEU	
CEM II/A 42.5 LL	320
Agrégats - Carrière de SOUVIGNY-Souvigny	
Sable : 0/1 CL SOUVIGNY	249

0/4 CL SOUVIGNY	537
Gravillon : 4/10 CL SOUVIGNY	310
10/20 CL SOUVIGNY	641
Adjuvants	en % de ciment
- Superplastifiant haut réducteur d'eau Dynamon	1,3 %
Xtend 431	0,2 %
 Plastifiant reducteur d'eau Mapeplast R14 Agent entraineur d'air Mapeair AE20 	0,04%
Eau de gâchage	172 litres

Table 2-1: Formulation du béton étudiée

2.1 Caractérisation des constituants

La connaissance des propriétés des matériaux utilisés dans la formulation est une étape très importante dans une étude de caractérisation de béton exposé au gel dégel. Nous avons utilisé un ciment calcaire classique et des granulats de nature granite.

2.1.1 Le ciment CEM II/A 42,5 LL

Une analyse chimique et une caractérisation physico-mécanique du ciment utilisé ont été réalisées au sein du laboratoire l'entreprise VICAT. Une analyse qualitative par diffraction aux rayons X a montré une répartition volumique de 51,1% en C₃S, 12,5% en C₂S, 2,9% en C₃A et 9,6% en C₄AF. Une analyse granulométrique laser de ce ciment montre que 97% des particules sont de diamètre inférieur ou égal à 100 μ m. Les résultats de cette caractérisation sont détaillés en (Annexe III, section 0)

2.1.2 Les granulats

Quatre classes granulométriques ont été utilisées ; à savoir 0/1, 0/4, 4/10 et 10/20 mm provenant de la même carrière SOUVIGNY. Il s'agit de granulats de type granite de masse volumique réelle en moyenne égale à 2,64 g/cm³.

L'essai de sensibilité au gel a été effectué sur les gravillons 4/10 mm selon la norme NF EN 1367-1. L'essai consiste à mesurer la perte de masse des gravillons de diamètre au tamis d/2, sur les matériaux ayant subi, après avoir été saturés, 10 cycles de gel-dégel de +20°C à -17.55°C. En notant M₁ et M₂ les masses de l'échantillon avant et après les cycles de gel-dégel respectivement, la sensibilité au gel est déterminée par le calcul de perte de masse après les cycles de gel-dégel donnée par $F = \frac{M1-M2}{M1} \times 100$. Pour les granulats utilisés dans l'étude nous avions F = 0,4%; ce qui montre qu'il s'agit de granulats d'une bonne résistance au gel car F est inférieur à la valeur limite de 4%. Ces granulats ont été choisis dans cette formule de béton dans le but de limiter autant que possible les dégradations par rapport à celles s'effectuant au niveau de la matrice cimentaire. Les granulats étant résistants, ceci doit permettre une meilleure maîtrise et analyse des résultats en dissociant les mécanismes complexes de dégradation.

La section 2 de l'Annexe III présente les courbes granulométriques des granulats ainsi que les résultats d'autres essais, tel que les teneurs en eau et en fines selon la norme NF EN 933-1 et le module de finesse selon la norme NF EN 12620-A1 pour les sables avec les fiches techniques de chaque classe.

2.2 Propriétés de la formulation de béton de référence

Afin d'évaluer les résultats des essais avec le moins d'interférence possible, en considérant la dispersion habituelle et bien connue du processus de fabrication des échantillons, il a été décidé de produire les éprouvettes dans un laboratoire unique expérimenté et c'était le laboratoire SigmaBéton de l'entreprise VICAT.

2.2.1 Caractérisation à l'était frais

La Table 2-2 présente les caractéristiques à l'état frais de la formulation du béton de référence : la masse volumique, la teneur en air et l'affaissement. Les mesures ont été réalisées en respectant les normes associées pour deux gâchées : la première pour des essais réalisés au laboratoire SigmaBéton et la seconde pour les essais réalisés au GeM.

	Essai SigmaBéton	Essai GeM
Masse volumique selon NF EN 12350-6	2240 kg/m ³	2260 kg/m ³
Teneur en air selon NF EN 12350-7	6 %	5,2%
Affaissement selon NF EN 12350-2	180 mm	170 mm

Table 2-2 : Caractéristiques de la formulation à l'état frais

2.2.2 Caractérisation à l'était durci

2.2.2.1 Résistances mécaniques

Les résistances mécaniques à la compression f'_c selon la norme NF EN 12390-3 et à la traction par fendage f_{tk} selo la norme NF EN 12390-6, à l'âge de 28 jours ont été mesurées sur 3 éprouvettes cylindriques de dimensions $\emptyset 15 \times 30 \text{ cm}^2$: $f'_c = 32,6 \pm 0,2 MPa$; $f_{tk} = 3 \pm 0,1 \text{ MPa}$. Selon les recommandations pour la durabilité des bétons durcis soumis au gel [80], la résistance minimale à la compression du béton à 28 jours doit être 35 MPa dans le cas d'un milieu de gel en présence de sels de déverglaçage (G+S). Une résistance à la traction minimale de 2,5 MPa est aussi souvent recommandée.

2.2.2.2 Indicateurs de durabilité avant les essais de gel-dégel

Suite à l'exposition du béton à l'action du dégel-dégel, il est très probable que sa microstructure se détériore gravement suite à la formation de microfissuration dans la matrice cimentaire sous l'action des différentes pressions développées. L'apparition de ces microfissures favorise la pénétration d'agents agressifs ou de gaz à travers la porosité induite suite à l'augmentation de la perméabilité et la porosité du matériau. Ceci peut donc mener à la corrosion des armatures dans un béton armé. Des suivis des valeurs du coefficient de diffusion des ions chlorures, de la perméabilité aux gaz, de la porosité accessible à l'eau mais aussi de la profondeur de carbonatation sont donc intéressants pour déterminer les propriétés du matériau exposé aux cycles de gel-dégel, dans le but de caractériser les modes de détérioration qui accompagnent l'écaillage.

Dans cette section, nous présentons les protocoles suivis ainsi que les valeurs obtenues suite aux mesures des quatre indicateurs de durabilité réalisées sur des éprouvettes de béton saines (avant exposition aux cycles de gel-dégel). Le suivi des valeurs de ces indicateurs après dégradation du béton par 56 cycles de gel-dégel de [+20/-20°C] seront présentées dans le chapitre 3.

Les éprouvettes ont été confectionnées dans des moules cylindriques conformément à la norme NF EN 12390-1. Le béton a été mis en place par vibration et conservé dans l'eau conformément à la norme NF EN 12390-2. Le sciage des corps d'épreuve s'est fait dans les 7 jours précédant l'essai; celui-ci ne pouvait se faire qu'après un minimum de 28 jours de conservation dans l'eau. Les corps d'épreuves ont été sciés parallèlement à la surface d'arasement en excluant au minimum les 10 mm extrêmes. Les indicateurs de durabilité ont été mesurés sur des éprouvettes provenant de la première gâchée.

2.2.2.1 Détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau

L'essai a été réalisé selon la norme XP P 18-459 [81] et conformément aux recommandations du groupe AFREM (GranduBé). La porosité accessible à l'eau a été calculée par le rapport du volume total des pores ouverts (c'est-à-dire ceux qui sont parcourus par l'eau et en contact avec l'atmosphère) dans un corps poreux, à son volume apparent qui est égal à la somme des volumes de matière solide, des pores ouverts et des pores fermés non accessibles par le liquide dans un essai. La mesure s'est faite sur trois éprouvettes de dimensions $\emptyset 11 \times 5$ cm².

La porosité accessible à l'eau et la masse volumique ont été calculées à partir des valeurs de la masse de l'éprouvette dans l'air (M_{air}) après saturation sous vide, sa masse hydrostatique M_{eau} et sa masse sèche $M_{sèche}$ après séchage à 105°C jusqu'à masse constante, les valeurs moyennes sont données dans la Table 2-3.

Résultats	Mair (g)	Meau(g)	Msèche (g)	ρ_d (g/cm ³)	E (%)
Moyenne	1816,2	1810,4	1823	2,09	14,1
Ecart-type	529,2	532,1	531,5	0,01	0,2

Table 2-3 : Table donnant les résultats de l'essai de porosité à l'eau réalisée sur 3 corps d'épreuves.

Comme résultats moyens, nous obtenons une masse volumique apparente sèche de 2,09 g/cm³ et une porosité accessible à l'eau de 14,1 %. Cependant, pas de critères précis sur la valeur limite de la porosité accessible à l'eau du béton vis-à-vis du risque lié aux effets de gel-dégel en présence des sels de déverglaçage.

2.2.2.2.2 Perméabilité à l'azote

La perméabilité aux gaz est un indicateur important pour évaluer la capacité du matériau à empêcher la pénétration d'espèces chimiques agressives. L'ouverture de microfissures qui peuvent se connecter entre elles en surface d'un béton exposé aux cycles de gel-dégel pourrait influencer les propriétés de transport au sein du réseau poreux, en augmentant sa perméabilité et en favorisant ainsi le risque de pénétration d'agents agressifs. L'essai a consisté à soumettre le corps d'épreuve à un gradient de pression constant. La perméabilité apparente k (m²) est alors déterminée à partir de la mesure du débit volumique de gaz Q (m³.s⁻¹) sortant de l'échantillon en régime permanent (sous l'hypothèse d'un régime d'écoulement laminaire à faible nombre de Reynolds). L'essai a été réalisé selon la norme XP P 18-463 [82] et conformément aux recommandations du groupe

AFREM (GranduBé). Le dispositif de mesure était le CEMBUREAU, le plus utilisé dans le domaine de mesure de perméabilité de bétons durcis. Le gaz utilisé était le diazote N_2 . Les mesures de la perméabilité ont été effectuées à plusieurs échéances pendant le séchage : 7 jours, 28 jours et à l'état sec, chaque mesure sur trois corps d'épreuves.

La perméabilité apparente est donnée par $k_x = \frac{2.\mu.Q_s.P_s.L}{A(P_e^2 - P_s^2)}$ avec P_e et P_s les pressions à l'entrée (pression d'injection) et à la sortie (pression atmosphérique = 101325 Pa) respectivement. Q_s est le débit de sortie volumique (m³/s) acquis pour une pression d'injection P_e donnée, μ le coefficient de viscosité du gaz (pour l'azote, $\mu = 1,76 \times 10^{-5}$ Pa.s à 20°C). L est l'épaisseur du corps d'épreuve (m) et A sa section en m².

La Table 2-4 résume les valeurs moyennes obtenues sur les trois corps d'épreuves à chaque échéance. La perméabilité apparente a été déterminée pour une pression d'injection unique de 1 bar.

P	Perméabilité (10 ⁻¹⁸ m ²)						
Echéances	Moyenne	Écart-type					
7 jours	78	7,4					
28 jours	103	8,2					
> 28 jours	128	8,6					

 Table 2-4 : Résultats de l'essai de la perméabilité à l'azote réalisé sur 3 corps d'épreuves et résultats moyens obtenus.

La valeur de perméabilité apparente à l'azote de 128×10^{-18} m² après 28 jours de séchage montre qu'il s'agit d'une formulation de durabilité moyenne à élevée selon le tableau de classes limites indicatives relatives aux indicateurs de durabilité [83]. Cependant, il n'existe pas de critères précis sur la valeur limite de la perméabilité de béton vis-à-vis du risque lié aux effets de gel-dégel en présence des sels de déverglaçage.

2.2.2.3 Diffusion des ions chlorures

La diffusion engendre un transport global d'un constituant (dans notre cas les ions chlorures), orienté de la zone la plus concentrée (surface du béton) vers la zone la moins concentrée (masse du béton) jusqu'à ce qu'il y ait équilibre des concentrations. Le coefficient de diffusion apparent est un coefficient global, qui prend en compte les interactions physico-chimiques entre les chlorures liés et la matrice cimentaire. Pour la détermination du coefficient de diffusion apparent nous avons adopté la méthode de migration accélérée sous champ électrique en régime non-stationnaire (transitoire) par la mesure de la profondeur atteinte, conformément à la norme XP P18-462 [84], (Figure 2-2 (a)). L'essai a été réalisé sur trois éprouvettes de dimensions $\emptyset 11 \times 5$ cm². Après la saturation sous vide, les corps d'épreuves ont été positionnés entre deux compartiments amont et aval tout en réalisant l'étanchéité de la cellule. La solution en amont est [NaCL 0,5 mol.L⁻¹ + NaOH 0,1 mol.l⁻¹]. La solution en aval est de la soude à 0,1 mol.L⁻¹. Une tension de 25 V a été appliquée et maintenue constante pendant toute la durée de l'essai. Les valeurs du coefficient de diffusion des ions chlorures données correspondaient à un essai de durée de 7 jours.



Figure 2-2 : (a) Schéma du dispositif de mesure de diffusion des ions chlorures, (b) exemple d'une éprouvette fendue après un essai, pulvérisée du nitrate d'argent.

Les corps d'épreuves ont ensuite été fendus perpendiculairement à la surface d'exposition aux ions chlorures selon la norme NF EN12390-6. Le front de pénétration a été détecté par un test colorimétrique sur les deux faces fendues par la pulvérisation d'une solution de nitrate d'argent AgNO₃. La profondeur a été mesurée après 20-30 min de pulvérisation. Un exemple est donné dans la Figure 2-2 (b) ; le front de pénétration apparaît en couleur claire et la partie intacte du béton dans laquelle les ions chlorures n'ont pas pu pénétrer est plus foncée.

Comme valeurs moyennes, nous avons obtenu un coefficient de diffusion moyen de $2,3 \times 10^{-12}$ m²/s (avec un écart-type de 0,17 m²/s). La profondeur de diffusion des ions chlorures est de 28,6 mm (avec un écart-type de 1,95 mm), ce qui est inférieur à l'épaisseur d'enrobage dans les ouvrages en béton qui est en moyenne de l'ordre de 40 mm. La formulation pourrait donc être d'une résistance acceptable vis-à-vis de la pénétration des ions chlorures. Cependant, nous n'avons pas trouvé de critères précis sur les valeurs limites du coefficient de diffusion apparente ou de la profondeur de

pénétration des ions chlorures vis-à-vis du risque lié aux effets de gel-dégel en présence des sels de déverglaçage.

2.2.2.4 Profondeur de carbonatation conformément au PERFDUB

Pour caractériser la profondeur de carbonatation de la formulation étudiée, nous avons suivi la seconde version du mode opératoire proposé par le Groupe de Travail du Projet National PERFDUB (approche PERFormantielle de la DUrabilité des ouvrages en Béton). L'essai a été réalisé sur quatre éprouvettes cylindriques de dimensions $\emptyset 11 \times 22$ cm² sciées en deux à mihauteur. Suite à une cure dans l'eau jusqu'à l'âge de 28 jours, les huit éprouvettes obtenues ont été conservées dans une étuve à 45 ± 5 °C pendant $14 \pm 0,5$ jours puis conservées à 20 °C et $65 \pm 5\%$ d'humidité relative pendant $7 \pm 0,5$ jours. Une mesure de la carbonatation initiale sur un cylindre $\emptyset 11 \times 10,5$ cm² a été effectuée avant le début de l'essai de carbonatation accélérée. Ensuite, les huit éprouvettes ont été placées dans une enceinte de carbonatation dans laquelle l'humidité relative et la température ont été maintenues à 65% et +20°C respectivement. Un flux continu de dioxyde de carbone alimentait l'enceinte de telle sorte à maintenir un volume de ($4 \pm 0,5\%$) de CO₂ dans les conditions optimales hygrothermique de carbonatation établies dans l'étuve.

Les mesures de la profondeur de carbonatation ont été réalisées à deux échéances après le démarrage de l'essai accéléré, à savoir 28 et 56 jours, ceci en fendant trois éprouvettes, puis de la phénolphtaléine a été pulvérisée et la profondeur de carbonatation a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse, conformément au mode opératoire du PERFDUB (Figure 2-3 (b)).

La Figure 2-3 (a) donne l'évolution de la profondeur de carbonatation en fonction du temps. La profondeur de carbonatation atteinte est de 14,5 mm après 56 jours de carbonatation.



Figure 2-3 : (a) Evolution de la profondeur de carbonatation au cours du temps selon l'essai PERFDUB, (b) Photo prise pour une éprouvette pulvérisée à la phénolphtaléine, fendue après 56 jours du début de l'essai.

Cependant, nous n'avons pas trouvé de critères précis sur la valeur limite de la profondeur de carbonatation vis-à-vis du risque lié aux effets de gel-dégel en présence des sels de déverglaçage.

2.2.2.3 Facteur d'espacement

La mesure du facteur d'espacement est un paramètre important qui est toujours présent dans les études de la résistance du béton au gel-dégel. C'est la principale caractéristique du réseau de bulles d'air entraîné dans le béton. Il représente la demi-distance moyenne entre deux parois de bulles d'air, autrement dit la distance moyenne maximale que l'eau doit parcourir pour atteindre une bulle d'air, qui dans ce cas joue le rôle de vase d'expansion. Plusieurs méthodes existent permettant la mesure de ce paramètre. La procédure B de la norme ASTM C457/C 457M [85], connue sous le nom de méthode de comptage manuel par points d'arrêts reste l'une des plus utilisées. Cette méthode consiste à déplacer l'échantillon suivant 15 balayages horizontaux et parallèles en s'arrêtant 100 fois sur chaque ligne, suivant un pas de 750 µm et un comptage est fait à l'aide d'une loupe binoculaire. A chaque arrêt, on enregistre sur un compteur la nature du constituant rencontré : pâte, granulat ou bulle. Un exemple est donné par la Figure 2-4.

On note :

- *S_t*: nombre d'arrêt sur plaque: 1500
- *N*: nombre de bulles d'air interceptées lors de la lecture des plaques

- S_{v} : nombre d'arrêt sur bulles d'air
- *S_p*: nombre d'arrêt sur la pâte de ciment



Figure 2-4 : Illustrations montrant (à gauche) la technique de balayages linéaires de l'ASTM C – 457 ainsi qu'un exemple appliqué de la méthode de comptage (à droite) [86].

La teneur en air est calculée par :

$$A_{c} = \frac{Vair}{Vtot} \times 100 = \frac{Sv}{St} \times 100 ; \qquad (2-1)$$

Pour un St très grand, on définit :

- La distance moyenne entre deux bulles d'air est donnée par :

$$L = \frac{Sv \times l}{N}; \tag{2-2}$$

 La surface spécifique des bulles d'air est définie par la surface d'une bulle d'air de dimension moyenne divisée par le volume d'une bulle de dimension moyenne, estimée en stéréologie par :

$$\alpha = \frac{4 \times N}{Sv \times l}; \tag{2-3}$$

On définit dans la norme un ratio seul de $\frac{Sp}{Sv}$ de 4,33 pour lequel on a : Pour $\frac{Sp}{Sv} \ge 4,33$, le facteur d'espacement est donné par :

$$\overline{L} = \frac{3}{\alpha} \times \left[1.4 \times \left(\frac{Sp}{Sv} + 1 \right)^{\frac{1}{3}} - 1 \right] ; \qquad (2-4)$$

Pour $\frac{s_p}{s_v} \le 4.33$, le facteur d'espacement est donné par :

$$\bar{L} = \frac{p}{4A}L; \qquad (2-5)$$

Où p représente la teneur en pâte en (%) donnée par :

$$p = \frac{sp}{st} \times 100; \tag{2-6}$$

Dans ce travail de recherche, nous réalisons les mesures sur deux sections de dimensions $10 \times 10 \times 2$ cm³. L'une est découpée au cœur du cube $15 \times 15 \times 15$ cm³ confectionné, qui représente la surface sciée lorsqu'elle est surface d'essai. L'autre section est découpée à 1 cm du fond de moule. Les propriétés du réseau des bulles ont été mesurées sur une section découpée à 1 cm du fond de moule et sur une autre section découpée au cœur du cube. Les valeurs obtenues dans le cas des deux gâchées sont données dans la Table 2-5:

Section sciée <u>à 1 cm du fond du moule</u>				Section sciée à 1 cm du fond du moule-					
Béton pour les essais de SigmaBéton			Béton pour les essais du Gem						
Ac (%)	L (µm)	α (mm ⁻¹)	D (µm)	\overline{L} (µm)	Ac (%)	L (µm)	α (mm ⁻¹)	D (µm)	\overline{L} (µm)
4,47	244,68	16,35	367,02	304	6,53	249,18	16,05	373,77	258
Section sciée <u>au cœur du cube-</u>									
	Section sci	iée <u>au cœu</u>	r du cube	-	2	Section sci	ée <u>au cœu</u>	<u>r du cube</u>	_
Bét	on pour le	iée <u>au cœu</u> es essais do	i <u>r du cube</u> e SigmaBé	<u>-</u> éton	2	Section sci Béton pou	ée <u>au cœu</u> 1r les essai	<u>r du cube</u> is du Gem	_
Bét Ac (%)	on pour le	$\frac{au \ cocu}{cocu}$	e SigmaBé D (μm)	\bar{L} (µm)	Ac (%)	Section sci Béton pou L (μm)	$\frac{de}{dr} = \frac{au}{cceu}$	r du cube s du Gem D (μm)	- <i>L</i> (μm)

Table 2-5 : Caractéristiques du réseau d'air des deux gâchées de la formulation testée

Selon les recommandations du LCPC [80], pour assurer durabilité des bétons durcis soumis au gel en présence de sels de déverglaçage, pour les épreuves d'étude et de convenance, le facteur d'espacement \overline{L} doit être inférieur à 200 µm pour que le réseau d'air puisse protéger le béton des conséquences de gel.

3 Essai de caractérisation de la résistance du béton à l'écaillage sous l'action du gel-dégel, en présence de sels de déverglaçage

Parmi les essais de caractérisation de la résistance à l'écaillage présentés dans le chapitre 1, la méthode de référence du CEN/TS 12390-9 : le Slab Test [50] ainsi que l'essai Français XP P18-420 [51] ont fait l'objet d'une attention particulière. Les étapes principales de ces essais sont les suivantes :

confection des éprouvettes de béton puis décoffrage après 24h,

- conservation des éprouvettes selon les protocoles de cure définis dans chaque essai,
- configuration et préparation des éprouvettes,
- pré-saturation des éprouvettes dans le but d'uniformiser l'état de saturation des éprouvettes testées,
- exposition des éprouvettes de béton à 56 cycles de gel-dégel dans une enceinte climatique; chaque cycle dure 24h avec des taux de refroidissement et de réchauffement propres à chaque essai.
- Finalement, mesure des masses écaillées en surface des éprouvettes, à des échéances précises au cours de l'essai, et qualification des performances du béton vis-à-vis de l'écaillage en comparant les masses obtenues à des seuils propres définis dans chaque essai.

3.1 Procédure de pré-conditionnement suivi

La procédure de pré-conditionnement suivie est présentée dans le schéma de la Figure 2-5. 24 heures après la confection, les éprouvettes ont démoulées et immergées dans l'eau jusqu'à l'âge de 7 jours. Puis, les éprouvettes ont été conservées dans une enceinte climatique à 65% HR et 20°C, verticalement, espacées de 5 cm. A l'âge de 10 ± 1 jours, les éprouvettes ont été sciées en deux parallèlement à la face talochée ; des éprouvettes à face sciée et d'autres à face fond de moule ont ainsi été obtenues. Elles ont ensuite toutes été retournées dans l'enceinte climatique à 65% HR et 20°C. La procédure de pré-conditionnement suivie correspond à celle du Slab Test à l'exception de l'âge au sciage qui a été modifié. Malgré le fait que le sciage au jeune âge pourrait fragiliser la surface sciée en augmentant son écaillage, tel qu'il a été démontré par [87], nous avons procédé au sciage des cubes à 10 ± 1 jours afin de favoriser le séchage et la carbonatation de la surface sciée, identiquement à la surface fond de moule.

A l'âge de 25 ± 1 jours, les éprouvettes ont été configurées conformément au slab test (identiquement à la norme française), la méthode de configuration est décrite dans la section suivante.



Figure 2-5 : Etapes suivies à partir de la confection des éprouvettes jusqu'au début des cycles de gel-dégel.

A l'âge de 28 jours, une couche de 3 mm d'eau déminéralisée (ce qui vaut approximativement 67 ml pour une section de 15×15 cm²) a été versée en surface. La pré-saturation a été poursuivie pendant 72±2h. Les éprouvettes ont ensuite été exposées aux cycles de gel-dégel dans l'enceinte climatique surmontées d'une couche de 3 mm d'eau saline à 3% NaCl. Des couvercles métalliques ont été placés en surface des éprouvettes afin de les protéger de l'évaporation, tout en garantissant le transfert thermique vers la surface d'essai à travers le métal (acier inoxydable).

3.2 Méthode de configuration des éprouvettes

A l'âge de 25±1 jours, les éprouvettes ont été scellées et configurées conformément au Slab Test (idem pour la norme française XP P 18-420). La Figure 2-6 montre un schéma explicatif de la configuration d'une éprouvette. Pour assurer l'étanchéité de celle-ci, un ruban de mousse isolante EPDM (éthylène-propylène-diène monomère) d'épaisseur 3 mm et de largeur 9 mm est collé aux surfaces latérales et au fond de l'éprouvette à l'aide la colle néoprène étanche et résistante à la température négative. Ceci après avoir frotté, minutieusement, les surfaces latérales et le fond de chaque éprouvette avec la brosse (Figure 2-7), afin de se débarrasser de la laitance en surface et assurer une bonne adhérence entre la mousse isolante et la face de l'éprouvette. Le contour de la surface d'essai a été aussi frotté avec la brosse afin d'assurer la bonne adhérence de la mousse EPDM aux bords latéraux de l'éprouvette, sans frotter la surface d'essai.



Figure 2-6 : Configuration et annotation des composantes de l'éprouvette [56].

Une isolation thermique, sous forme de boîte thermique en polystyrène, a été conçue dans le but de simuler un flux thermique unidirectionnel ; les surfaces latérales étant considérées isolées, seule la surface d'essai est ainsi exposée aux cycles de gel-dégel. Dans la norme Française, on précise que le polystyrène doit assurer une résistance thermique minimale R de 0,9 m². K/W ou une conductivité thermique λ inférieure à 0,036 W/(m. K) selon le Slab Test ; ce qui s'obtient avec une couche de polystyrène d'épaisseur 30 cm. Dans le but de limiter l'effet de l'hyperventilation dans l'enceinte climatique, un effet qui pourrait être important dans le cas où des positions restent vides dans l'enceinte au cours de l'essai, il a été décidé de placer des éprouvettes « cadavres » (de mêmes dimensions que les éprouvettes d'écaillage mais sans suivi) dans les positions vacantes. Afin de pouvoir assurer l'arrangement de l'ensemble des éprouvettes requises, l'épaisseur des boîtes thermiques a été réduite à 20 mm.



Figure 2-7 : Brosse utilisée dans l'étape de configuration des éprouvettes.



Figure 2-8 : Surface d'essai de l'éprouvette configurée.

Un film de joint d'étanchéité a été appliqué sur les bords situés entre la surface d'essai et la mousse d'étanchéité comme le montre la Figure 2-8. Les surfaces d'essai effectives de chaque éprouvette ont été ensuite mesurées et notées au 1/10 cm près après application du joint.

Cette méthode de configuration des éprouvettes a été suivie dans les essais réalisés, sauf indications contraires. Le cas échéant, les modifications effectuées seront rapportées éventuellement.

3.3 Méthode de collecte des masses écaillées

Chaque sept cycles de gel-dégel, les écailles des éprouvettes sont recueillies dans un tamis de 63µm (conformément aux indications du XP P18-420 [51]), avec un léger brossage de la surface à l'aide de la brosse TFB, (Figure 2-9). Cette brosse est conforme aux spécifications du Slab Test du CEN/TS 12390-9. La Figure 2-10 montre le positionnement de l'éprouvette au-dessus du tamis pour récupérer les écailles. Les écailles sont ensuite séchées dans une étuve à 105°C pendant au moins 3 jours. Pour chaque essai, la moyenne est calculée sur une série de quatre éprouvettes.





Figure 2-9 : Brosse TFB utilisée pour collecter les écailles des surfaces d'essai.

Figure 2-10 : Positionnement de l'éprouvette pour récupérer les écailles.

4 Outils d'analyse d'images pour la visualisation de la dégradation suite aux cycles de gel-dégel

4.1 Microscope digitale 3D RH-2000 (HIROX)

Le microscope digital 3D a été utilisé pour effectuer des cartographies 3D des surfaces dégradées (Figure 2-11). Il s'agit d'un outil numérique 3D dont la résolution et le grossissement parmi les plus élevés existants dans le marché. Ce microscope est extrêmement modulaire et polyvalent, il est capable d'atteindre des grossissements jusqu'à 10 000 fois, sans limite de taille d'échantillon, équipée d'une nouvelle lentille rotative motorisée brevetée pour l'analyse complète des défaillances, les mesures de texture de surface 2D et 3D, le profilage et la rugosité.
Nous avons réalisé des cartographies 3D sur des échantillons de béton d'épaisseur 1cm provenant des éprouvettes dégradées par 56 cycles de gel-dégel de [+20/-20°C]. Les échantillons ont été découpés parallèlement aux surfaces d'essai dégradées. Pour ces cartographies un grossissement de 100 et une résolution de 6,3 μ m/pixel ont été utilisées.



Figure 2-11 : Microscope digitale 3D RH-2000

4.2 Micro-tomographie aux rayons X

Cette technique a été utilisée afin de visualiser l'état de la porosité interne du béton dégradé par 56 cycles de gel-dégel. La micro-tomographie tridimensionnelle à rayons X est capable d'acquérir des microstructures de béton et de révéler l'existence de pores et de fissures internes. Un rayon X passe à travers l'échantillon et est plus ou moins absorbé selon la densité du matériau. Par conséquent, sous différents angles, de nombreuses images en 2D peuvent être prises. Les séries d'images en 2D ont été traitées à l'aide du logiciel ImageJ. Ceci permet de reconstruire des volumes 3D de l'échantillon.

Le système utilisé est un tomographe XRadia Micro XCT-400 équipé d'une source de rayons X Hamamatsu 150kV (Figure 2-12). Une résolution de 8,77 µm a été utilisée pour un échantillon cubique de 1 cm.



Figure 2-12 : Micro-tomographe à rayons X (à gauche) et (à droite) détails de l'intérieur (caméra, porte échantillon.

5 Méthode d'émission acoustique

Les méthodes non-destructives telles que l'émission acoustique sont de plus en plus utilisées dans les dernières années dans le domaine de génie civil. Ces méthodes permettent une exploration avancée de l'évolution des macro/micro-fissures dans les ouvrages de béton. En fait, la fissuration des matériaux se produit avec la libération d'énergie de déformation stockée qui est consommée par l'ouverture de fissures et l'émission d'ondes élastiques qui sont des ondes d'émission acoustique (EA). Ces ondes sont détectées par les capteurs attachés en surface de l'ouvrage.

5.1 Paramètres d'un signal d'EA

Plusieurs paramètres peuvent être extraits des signaux d'EA. Nous définissons les principaux paramètres d'un signal classique d'EA donné en Figure 2-13.

- Amplitude : définie comme étant la tension de crête du signal. Les amplitudes sont exprimées sur une échelle en décibels. Il s'agit d'une caractéristique de la magnitude de l'événement source.
- Durée (Duration) : c'est un intervalle de temps entre le moment du déclenchement d'un signal et le moment de sa disparition.
- Temps de montée (rise time) : c'est un intervalle de temps entre l'instant de déclenchement d'un signal AE et l'instant de l'amplitude maximale.

- Energie : définie comme la surface mesurée sous l'enveloppe du signal redressé.



Figure 2-13 : Caractéristiques conventionnelles d'un signal d'EA.

Nous définissons aussi :

- Coups (Count) : c'est le nombre de fois pendant la durée où un signal dépasse le seuil.
- Fréquence moyenne (average frequency) : c'est une caractéristique calculée obtenue à partir des coups divisés par la durée
- Fréquence maximale (peak frequency) : est définie comme le point du spectre de puissance auquel l'amplitude de crête est observée.

5.2 Description du dispositif de mesure

Le principe du contrôle par l'émission acoustique est présenté dans la Figure 2-14 (a). Dans ce travail, le matériel d'acquisition et de traitement des signaux utilisé comporte : un système d'acquisition MISTRAS à huit canaux reliés à un PC pour l'analyse du stockage des données (Figure 2-14 (b)), trois préamplificateurs P1220 A (40/60 dB de gain – fréquence [20 – 1200] kHz) et trois capteurs de type WD. Les capteurs utilisés sont de la marque MISTRAS, la fiche technique est donnée dans la section 4 en Annexe III. Un capteur WD est un véritable capteur différentiel à large bande avec une sensibilité et une largeur de bande très élevées. Il présente une très bonne

réponse en fréquence sur la plage de 100 à 900 kHz. Les signaux détectés ont été amplifiés avec un amplificateur différentiel à gain de 40 dB. Les capteurs assurent la conversion des ondes en des signaux électriques qui sont ensuite reliés aux préamplificateurs. Les signaux sont ensuite numérisés par le système d'EA qui procède à l'extraction des paramètres. Les données sont ensuite affichées en temps réel sur l'ordinateur. Deux logiciels ont été utilisés pour étudier l'émission acoustique, AEWin et Noesis. AEwin a servi dans l'acquisition et Noesis pour l'analyse multivariables et la classification des données.



Figure 2-14 : a) Le système d'EA à huit canaux, (b) Principe du contrôle par émission acoustique [88].

6 Modèles numériques

La modélisation numérique a constitué un moyen essentiel pour compléter ce travail de recherche. Deux modèles ont été développés, le premier modèle repose sur une approche micromécanique [48] permettant de prédire les déformations à l'échelle de la pâte de ciment exposée aux cycles de gel-dégel. L'approche existante a été enrichie avec un algorithme de passage aux échelles supérieures (mortier et béton), ce qui a abouti à une approche multi-échelles permettant la modélisation des déformations aux échelles du mortier et du béton exposés au gel-dégel.

Le second modèle numérique développé dans cette thèse a permis de prédire la réponse thermique en surface de béton exposé à des conditions climatiques réelles.

6.1 Approche multi-échelles pour la modélisation de la dégradation du béton exposé au gel-dégel

Dans le cadre de ce travail de recherche, nous avons réalisé, à partir de l'approche micromécanique existante partant des produits d'hydratation, développée par [48], [89], le passage aux échelles supérieures (mortier-béton). Ceci en considérant qu'à l'échelle macroscopique, c'est-à-dire de l'ordre du centimètre, le béton est supposé constitué de deux composants homogènes : une matrice (mortier homogène) entourant des inclusions (les granulats). La même hypothèse est considérée à l'échelle du mortier, avec une matrice (pâte de ciment) entourant les grains de sable. A ces deux échelles supérieures, les lois de comportement thermomécaniques sont appropriées pour calculer la déformation du matériau sous l'action du gel-dégel. L'entrée du modèle à ces deux échelles supérieures est liée aux effets de pressions qui se produisent à l'échelle de la pâte de ciment. Pourtant, la zone de transition pâte/granulats n'a pas été modélisée, ces propriétés étant dépendantes de la nature des granulats [90]. Cette zone a été caractérisée dans quelques travaux comme ceux de [91].

Ce travail a été publié [49], l'article est joint en Annexe I.

6.1.1 Représentation des phases de l'eau dans le réseau poreux à l'échelle de la pâte de ciment

6.1.1.1 Fonction de distribution de la taille des pores

Dans des conditions normales de température et de pression (pression atmosphérique $p_0 = 1 atm$, température de fusion $T_0 = 273.15 K$ à p_0), l'équilibre thermodynamique de la porosité est établi lorsque l'équation est satisfaite.

$$\mu_L(T, p_L, a_L) = \mu_C(T, p_C) = \mu_V(T, p_V)$$
(2-7)

Les phases liquides, cristal de glace et vapeur sont désignées par les indices L, C et V respectivement. Le potentiel chimique de la vapeur d'eau en fonction de l'humidité relative RH a été écrit de la manière suivante :

$$\mu_V(T) = RT \ln(HR) \tag{2-8}$$

où RH prend la forme suivante en fonction de la taille des pores [92] :

$$HR(r,T) = \exp\left(-\frac{2\gamma\cos\theta}{r-\delta}\frac{v_L}{RT}\right)$$
(2-9)

où *r* représente le rayon du pore, θ l'angle de l'eau liquide, γ l'énergie d'interface entre la vapeur et le liquide et δ l'épaisseur du film d'eau adsorbée, également appelée couche de type liquide (LLL), près de la limite du pore, donnée par [92], [93]:

$$\delta(T) = a + bRH(T) + \frac{c}{1.105 - RH(T)}$$
(2-10)

avec a = 0.0626 nm, b = 0.834 nm et c = 0.02309 nm.

Le volume de porosité cumulée normalisée avec des rayons de pores supérieurs à r_0 a été calculé en utilisant le modèle d'adsorption Brunauer-Skalny-Bodor (BSB) [92], [93]:

$$\mathcal{V}_{N}(r \ge r_{0}) = \frac{(1-k)}{\left[1-k \cdot \exp\left(-\frac{2\gamma \cos\theta}{r_{0}-\delta}\frac{v_{L}}{RT}\right)\right]} \times \frac{\left[1+(C-1)k\right]\exp\left(-\frac{2\gamma\cos\theta}{r_{0}-\delta}\frac{v_{L}}{RT}\right)}{\left[1-(C-1)k \cdot \exp\left(-\frac{2\gamma\cos\theta}{r_{0}-\delta}\frac{v_{L}}{RT}\right)\right]} \quad (2-11)$$

où C et k sont les paramètres du modèle BSB. Ces paramètres dépendent du rapport w/c, du type de ciment, de la température et de l'âge d'hydratation de la pâte de ciment [94].

La fonction de la taille des pores $\varphi(r_0)$ a été déduite comme suit :

$$\varphi(r_0) = \frac{d\mathcal{V}_N(r \ge r_0)}{dr} \tag{2-12}$$

6.1.1.2 Courbe de saturation liquide

L'équation de Gibbs-Thomson reliant le rayon seuil des sites gelés $r = r_f$ à la température de gel T_f est donnée par :

$$r_f(T) = -\frac{2\gamma_{LC}}{\mathcal{S}_f(T - T_f)} + \delta(T)$$
(2-13)

Où $\delta(T)$ donnée par l'équation (2-10).

Le volume partiel $\mathcal{V}_N(r_f)$ des sites gelés dont le rayon des pores est supérieur à r_f et inférieur au rayon maximal des pores capillaires r_{max} a été déterminé à partir de la distribution de la taille des pores :

$$\mathcal{V}_N(r_f) = \int_{r_f}^{r_{max}} \varphi(r) dr \tag{2-14}$$

où $\varphi(r)$ représente la distribution des tailles de pores dans la pâte de ciment.

Par conséquent, le degré de saturation en eau liquide S_L a été calculé comme suit :

$$S_L(T) = \frac{V_L}{V_C + V_L} = 1 - S_C(T) = 1 - \left[\mathcal{V}_N \left(r_f = -\frac{2\gamma_{LC}}{S_f(T - T_f)} + \delta \right) \right]$$
(2-15)

où V_L représente la quantité d'eau non gelée et V_C la quantité de cristaux et S_C la saturation des cristaux de glace.

6.1.2 Modélisation des pressions internes à l'échelle de la pâte de ciment

Deux types de pressions ont été considérés dans cette étude p_{hyd} et p_{osm} . La première a été la pression imposée par les phases d'eau sur les parois capillaires, qui dépend du degré de saturation en eau (*S*) ainsi que de la quantité de glace formée (*S*_C). L'algorithme de calcul de la pression hydraulique induite par l'action du gel est détaillé dans [48]. L'équation simplifiée correspond à celle de [39] donnée par:

$$p_{hyd} = -\eta S_C K_{hom} = -\eta S_C \left(\frac{S_L}{K_L} + \frac{S_C}{K_C}\right)^{-1}$$
(2-16)

Avec η le rapport d'expansion de la glace estimé à 9%. L'autre pression interne est la pression osmotique. Dans l'hypothèse d'un équilibre thermodynamique, les potentiels chimiques sont égaux, la pression osmotique peut donc s'écrire comme suit :

$$p_{osm} = \frac{RT}{v_L} \ln\left(\frac{a_L^{cap}}{a_L^{CSH}}\right)$$
(2-17)

Le calcul de l'activité de l'eau liquide est détaillé dans [48], [49] (Annexe I)

6.1.3 Modélisation micromécanique des déformations de la pâte de ciment exposée aux cycles de gel-dégel

L'approche micromécanique consistait à créer une microstructure virtuelle 3D de la pâte de ciment à l'aide d'un modèle d'hydratation CEMHYD3D implémenté dans le logiciel VCCTL. Comme données d'entrées du modèle d'hydratation, la composition minéralogique du ciment et sa granulométrie ont été introduites ensuite les propriétés du mélange ont été précisées (Figure 2-15). Les simulations ont été réalisées en 2D sur plusieurs sections converties en maillage d'éléments finis, désignées par S50, S100, S150 et S200.



Figure 2-15 : Schéma représentatif de la génération de la microstructure de pâte de ciment [89].

La Figure 2-16 montre les courbes de distribution de la taille des pores de deux pâtes de ciment avec différents rapports eau/ciment (E/C = 0,4 et 0,5). Alors que l'eau dans les pores capillaires a été explicitement représentée dans la microstructure, l'eau dans les micropores du gel C-S-H a été considérée comme une partie du voxel C-S-H homogénéisé, seule l'eau gelable dans la porosité capillaire a été prise en compte Figure 2-16.

La pâte de ciment considérée dans cette étude est de rapport E/C = 0,5 est donnée dans la Figure 2-17. Elle est composée d'un ciment Portland de type CEM I dont la composition minérale est indiquée dans la Table 2-6. L'utilisation de ciment portland CEM I est très abondante dans les mesures de déformations des matériaux à base de ciment trouvées dans la littérature auxquelles nos résultats numériques ont été comparés dans [49] ce qui justifie notre choix.

Des conditions aux limites de type Dirichlet correspondant aux cycles de gel-dégel ont été appliquées sur la limite extérieure du REV (Figure 2-18) avec des cycles de température allant de 5°C à -20°C (Figure 2-19). La méthode θ , implémentée dans la procédure TRANSNON [95] du

logiciel d'éléments finis Cast3M, a été utilisée pour la résolution numérique des équations de la chaleur.

À chaque étape, les déplacements ont été inférieurs à la taille du maillage, de sorte que l'effet de la profondeur dans la déformation peut être considéré comme négligeable pour ce problème ; par conséquent, toutes les simulations ont été effectuées en 2D. À l'échelle de pâte de ciment, un VER quadratique de 200 µm a été utilisé.



200µm

Figure 2-16 : Courbe de distribution de la taille des pores $\varphi(r)$ (en cercles), courbe du volume de pores cumulé normalisé $\mathcal{V}_N(r)$ pour la porosité capillaire (en trait plein), pour deux rapports E/C différents [48].

Figure 2-17 : Microstructure virtuelle de la pâte de ciment étudié [48].

es	Constituants primaires							Constituants secondaires		
ction miqu	Clinker phase						Gypsum	Calcite	Inert	Laitier
Frac volui	<i>C</i> ₃ <i>S</i>	<i>C</i> ₂ <i>S</i>	<i>C</i> ₃ <i>A</i>	C ₄ AF	KŜ	NŜ	CS̄H₂	CĒ	-	-
CEM I	72.2%	9.4%	9.4%	7.3%	1.3%	0.3%	4.2%	1%	1%	0%

Table 2-6 : Composition minérale du CEM I [48].



Figure 2-18: Conditions aux limites thermomécaniques imposés sur le VER de pâte de ciment [48].

Figure 2-19 : Cycle thermique de gel/dégel de [+5/-20°C] imposé dans les simulations.

6.1.3.1 Formulation du problème thermo-poro-mécanique à l'échelle de la pâte de ciment

Il a été considéré que le volume élémentaire représentatif de pâte considéré V_{VER} est constitué des volumes du réseau de pores V_P et de celui de la matrice cimentaire solide V_{MC} . V_{MC} est la liaison de la phase des silicates de calcium hydratés (C-S-H) V_{CSH} séparée des autres constituants de la matrice cimentaire V_{Si} . La pression osmotique est appliquée sur le volume des CSH étant donné que cette pression accompagne le départ de l'eau des pores de gel (non gelés, pores des CSH) vers les pores capillaires (gelés). Cependant, la pression hydraulique est appliquée sur le volume de la porosité lorsqu'elle est saturée. Si S<1 (où S est la fonction donnant l'état de saturation de la porosité), la porosité est donc non-saturée et c'est la pression capillaire qui est activée à l'aide la fonction Heaviside \mathcal{H} . Notons que $\overline{\alpha}_i$ est le coefficient d'expansion thermique et S_C la saturation de la porosité en glace. La solution du problème thermo-mécanique décrit ci-dessous donne le champ de déplacement local (\overline{y}):

$$\overline{\nabla}.\,\overline{\sigma}(\overline{y}) = 0 \qquad \overline{y} \in V_{VER} \quad (2-18)$$

$$\bar{\bar{\epsilon}}(\bar{y}) = \frac{1}{2} \left[\overline{\bar{\nabla}} u(\bar{y}) + {}^t \overline{\bar{\nabla}} u(\bar{y}) \right] \qquad \bar{y} \in V_{VER} \quad (2-19)$$

$$\bar{\sigma}(\bar{y}) = \mathbb{C}^d \left(\bar{y}, \bar{\epsilon}(\bar{y}) \right) : \left[\bar{\epsilon}(\bar{y}) - \bar{\bar{\alpha}}_{Si}(\bar{y}, T) \Delta T \right] \qquad \bar{y} \in V_{Si}$$
(2-20)

$$\bar{\sigma}(\bar{y}) = \mathbb{C}^d \left(\bar{y}, \bar{\epsilon}(\bar{y}) \right) : \left[\bar{\epsilon}(\bar{y}) - \bar{\alpha}_{CSH}(\bar{y}, T) \Delta T - p_{osm}(T, S_C) \bar{I} \right] \qquad \bar{y} \in V_{CSH}$$
(2-21)

$$\bar{\sigma}(\bar{y}) = \mathbb{C}^0(\bar{y}, \bar{\epsilon}(\bar{y})) : \{\bar{\epsilon}(\bar{y}) - \bar{\alpha}_P(\bar{y}, T)\Delta T - [\mathcal{H}(S-1)p_{hyd} + \mathcal{H}(1-S)p_{cap}]\bar{I}\}$$

$$\bar{y} \in V_P$$
(2-22)

$$T(\bar{y}) = T_{imp} \qquad \bar{y} \in \partial V \qquad (2-23)$$

$$u(\bar{y}) = \overline{U}_{imp} \qquad \bar{y} \in \Gamma_u \qquad (2-24)$$

Les pressions hydraulique p_{osm} et osmotique p_{hyd} qui accompagnent la croissance de la glace dans la porosité du béton ont été intégrées dans le modèle comme le montre les équations (2-21) et (2-22). Les conditions aux limites (2-23) et (2-24) décrivent respectivement la température imposée et le déplacement restreint au milieu du volume. Les tenseurs de rigidité élastique endommagés et non endommagés \mathbb{C}^d et \mathbb{C}^0 sont liés par la valeur scalaire d'endommagement D (en considérant des matériaux isotropes) comme suit :

$$\mathbb{C}^{d} = (\mathbb{I} - \mathbb{D}\mathbb{I})\mathbb{C}^{0} \tag{2-25}$$

La surface de chargement f est donnée par ce qui suit où seules les valeurs propres de traction du tenseur de déformation sont considérées :

$$f(\bar{n}) = \epsilon_{EQ} - \kappa_0 = \sqrt{\langle \epsilon_{11} \rangle_+^2 + \langle \epsilon_{22} \rangle_+^2 + \langle \epsilon_{33} \rangle_+^2} - \kappa_0$$
(2-26)

où ε_{EQ} est la déformation équivalente et $\langle \cdot \rangle_+$ les parenthèses de Macaulay.

L'approche est basée sur le modèle d'endommagement de Fichant [96], [97] dans lequel l'état d'endommagement du matériau peut être évalué à partir de la dégradation de la rigidité. La forme exponentielle suivante donne l'évolution de la loi d'endommagement due à la microfissuration en traction dans un modèle isotrope :

$$\begin{cases} f = 0 \text{ and } \dot{\epsilon}_{EQ} > 0 \rightarrow \dot{D} = \frac{\kappa_0 (1 + B_T \epsilon_{EQ})}{\epsilon_{EQ}^2} \exp\left[-B_T (\epsilon_{EQ} - \kappa_0)\right] \\ f < 0 \text{ or } \dot{\epsilon}_{EQ} = 0 \rightarrow \dot{D} = 0 \end{cases}$$
(2-27)

Avec κ_0 le seuil d'endommagement par déformation et B_T le paramètre de pente d'adoucissement par déformation. En utilisant les équations ci-dessous, κ_0 et B_T peuvent être déterminés à partir des propriétés mécaniques de la pâte de ciment qui peuvent être mesurées :

$$\kappa_0 = \frac{f_t}{E} \qquad \qquad B_T = \frac{f_t}{\frac{G_f}{h} - \frac{f_t \kappa_0}{2}}$$
(2-28)

où E, f_t et G_f représentent respectivement le module d'Young, la résistance à la traction et l'énergie de rupture de la phase de la pâte de ciment. En introduisant la taille caractéristique h, la dissipation d'énergie dans l'élément fini pendant l'endommagement devient indépendante du maillage, ceci peut être vu dans l'équation de B_T .

Quant à la formulation du problème thermique, la conduction thermique transitoire a été considérée de sorte que pour tout point \bar{y} à l'intérieur du volume du matériau, à toute échelle :

$$\rho(\bar{y},T)c_p(\bar{y},T)\frac{\partial T}{\partial t}(\bar{y},t) + \nabla q(\bar{y},T) = f(\bar{y},t)$$
(2-29)

avec

$$q(\bar{y},T) = -\lambda(\bar{y},T).\nabla T(\bar{y},t)$$
(2-30)

où c_p est la capacité thermique spécifique, t le temps, q le flux thermique, f la source de chaleur et λ le coefficient de conductivité thermique. Le fluide a été supposé être stationnaire à l'intérieur de la porosité de la pâte de ciment. Aux interfaces des phases de la pâte de ciment, seule la conduction thermique a été considérée ; tous les autres modes de transfert de chaleur qui pourraient se produire ont été négligés. Le problème du flux de chaleur a été est couplé avec le problème mécanique pour avoir des interactions explicites entre les phénomènes.

6.1.3.2 Propriétés thermo-mécaniques des phases de la pâte de ciment

Les valeurs assignées des propriétés thermiques (densité, conductivité thermique et capacité thermique spécifique) des phases de pâte de ciment ont été tirées de la littérature. Toutes les propriétés ont été considérées comme dépendantes uniquement de la température, la dépendance à l'humidité relative a été négligée. En ce qui concerne la conductivité thermique des phases de ciment, des valeurs scalaires ont été attribuées en considérant qu'elles sont toutes homogènes et

isotropes. La Table 5 de l'article [49] donné (en Annexe I) résume les valeurs assignées des propriétés thermiques des phases solides. Pour certaines phases, les données incomplètes sont complétées par celles de la phase minérale connue proche. Quant aux phases de porosité (eau et glace), il y a une forte dépendance de leurs propriétés thermiques à la température et c'est en partie le facteur qui contrôle le comportement de gel-dégel de la pâte de ciment saturée en eau. Les densités, les capacités et les conductivités thermiques de l'eau, de la glace ainsi que celles du fluide ont été données dans l'article [49].

En ce qui concerne les propriétés mécaniques, les modules élastiques (E et ν), la résistance à la traction (f_t), l'énergie de rupture (G_f) et le coefficient d'expansion thermique linéaire (CET désigné par α) ont été considérés pour les phases de la pâte de ciment. Ceci a été rapporté dans [49].

6.1.3.3 Description des courbes de déformations de la pâte de ciment au cours des cycles de gel-dégel

Les déformations totales longitudinales ont été calculées pour une microstructure de pâte de ciment à un rapport E/C=0,5. Un degré de saturation de 99% a été choisi, le cycle [+5/-20°C] de la Figure 2-19 a été imposé. Les courbes de déformations obtenues par les simulations numériques ont été cohérentes avec les mesures expérimentales de Beaudoin et MacInnis [98] et Zeng et al. [99] (Figure 2-21). La Figure 2-20 donne les courbes de déformations en fonction de la température, au cours de 5 cycles de gel-dégel :

- i. D'abord, la pâte de ciment se contracte entre 5° C et 0° C.
- ii. A partir d'une température entre -1 °C et -2°C (correspondant à la température de nucléation), le volume de l'eau en expansion thermique et celui de la glace formée dépassent le volume de la porosité, une pression hydrostatique se développe. Ceci entraîne une expansion hydraulique de la pâte de ciment qui jusqu'à la température minimale T_{min} = -20°C.
- iii. Pendant la phase de dégel, la diminution du volume de fluide dans la porosité suite à la fonte de la glace. Ceci donne lieu à une contraction capillaire jusqu'au point de fusion.

 iv. Suite à la fusion totale de la glace, la pâte de ciment suit la même allure de contraction thermique.



Figure 2-20 : Courbes déformations en fonction de la température [89].

Figure 2-21 : Illustration des composantes de la courbe de déformation de la pâte de ciment [99].

6.1.4 Modélisation multi-échelles des déformations sous l'action des cycles de geldégel

6.1.4.1 Formulation du problème thermomécanique aux échelles mortier et béton

Le problème thermo-poro-mécanique à l'échelle de la pâte de ciment a été présenté dans la section 6.1.3.1. En passant à l'échelle du mortier et du béton, le matériau cimentaire peut être simulé en utilisant la loi de comportement thermomécanique tout en considérant des composants homogènes. Soit le VER de volume V_{VER} constitué d'un volume de matrice V_m et d'un volume de granulat V_g, tel que V_{VER} = V_g \cup V_m.

$$\overline{\nabla}.\,\overline{\sigma}(\overline{y}) = 0 \qquad \overline{y} \in V_{VER} \quad (2-31)$$

$$\bar{\bar{\epsilon}}(\bar{y}) = \frac{1}{2} \left[\bar{\bar{V}}u(\bar{y}) + {}^t\bar{\bar{V}}u(\bar{y}) \right] \qquad \bar{y} \in V_{VER} \quad (2-32)$$

$$\bar{\bar{\sigma}}(\bar{y}) = \mathbb{C}(\bar{y}) : [\bar{\bar{\epsilon}}(\bar{y}) - \bar{\bar{\alpha}}'_i(\bar{y}, T)\Delta T] \qquad \bar{y} \in V_m \qquad (2-33)$$

$$\bar{\bar{\sigma}}(\bar{y}) = \mathbb{C}^d \left(\bar{y}, \bar{\bar{\epsilon}}(\bar{y}) \right) : \left[\bar{\bar{\epsilon}}(\bar{y}) - \bar{\bar{\alpha}}_g(\bar{y}, T) \Delta T \right] \qquad \bar{y} \in V_g \qquad (2-34)$$

$$T(\bar{y}) = T_{imp} \qquad \bar{y} \in \partial V \quad (2-35)$$

$$[\bar{\sigma}(\bar{y}),\bar{n}],\bar{n}=0 \qquad \bar{y}\in\partial V \quad (2-36)$$

$$u(\bar{y}) = \overline{U}_{imp} \qquad \bar{y} \in \Gamma_u \qquad (2-37)$$

L'équation (2-34) considère l'endommagement tel que formulé dans la description de l'approche micromécanique de base présentée dans la section 6.1.3.1. Les tenseurs de dilatation thermique des grains de sable et des agrégats, dans le mortier et le béton respectivement, sont tirés de la littérature. Celui de la matrice est obtenu par le calcul à l'échelle inférieure. La dilatation thermique de la matrice du mortier est déduite du calcul à l'échelle de la pâte de ciment hétérogène, et celle de la matrice du béton est ensuite obtenue à partir du calcul à l'échelle du mortier. Étant donné que différentes valeurs de déformation sont obtenues à une température atteinte à chaque cycle (en raison de l'hystérésis gel/dégel), une fonction pour le tenseur de dilatation thermique a été suggérée, déduite de l'équation de déformation totale :

$$\overline{\alpha'}_i = \frac{\overline{\alpha_0} T_0 + \overline{\overline{\epsilon}}_i}{\overline{T}_i}$$
(2-38)

où $\overline{\alpha_0}$ représente le vecteur de dilatation thermique initiale à la température initiale T_0 , $\overline{\epsilon_i}$ est le tenseur de la déformation totale calculée à la température moyenne du système $\overline{T_i}$ à chaque pas de temps. La température étant paramétrique (elle dépend du cycle et de la phase de gel ou de dégel au cours du même cycle); une variable interne a été introduite dans le code. Cette dernière joue le rôle d'une variable d'histoire qui bascule et change de signe en passant d'une phase de gel à une phase de dégel, aussi d'un cycle à un autre. Les déformations sont ainsi « linéarisées » et sont acquises dans le code à partir d'un fichier de données. Le coefficient d'expansion thermique est calculé selon l'équation (2-38) et sa valeur est mise à jour à chaque pas de temps à l'aide d'une sous-procédure PERSO1 implémentée dans la procédure PASAPAS du logiciel Cast3m. Notons que l'endommagement induit à l'échelle de la pâte au cours des cycles de gel-dégel n'a pas été homogénéisé en passant aux échelles supérieures, en supposant que la dégradation principale est causée par l'expansion de la porosité à l'échelle de la pâte de ciment.

6.1.4.2 Représentation digitale du mortier et du béton

Pour les échelles de béton et de mortier, la génération du maillage a été réalisée avec l'algorithme développé par Moujaned [100], [101] et utilisé dans [102]. Il consiste à générer un volume en introduisant une distribution aléatoire des d'inclusions de différentes tailles dans une matrice solide. L'algorithme de distribution génère des positions aléatoires des centres de gravité des inclusions dans la zone intéressée du volume. A chaque étape de l'algorithme, une inclusion i est ajoutée. Le volume unitaire de cette inclusion de type i est calculé comme suit :

$$V_{inclusion} = \pi R_i^2 \tag{2-39}$$

où R_i est le rayon de l'inclusion. Un test est effectué pour vérifier que deux inclusions ne se chevauchent pas. La distance entre le centre de gravité d'une inclusion existante de rayon R_1 et celui d'une inclusion candidate de rayon R_2 doit être supérieure à la distance d_{min} définie comme suit:

$$d_{\min} = R_1 + R_2 \tag{2-40}$$

Après avoir validé la position de chaque inclusion, tous les éléments ont été définis d'abord comme ayant les propriétés de la matrice. Ensuite, en vérifiant la distance *d* entre le centre de gravité de l'élément et celui de l'inclusion, nous attribuons les différentes propriétés matérielles aux éléments. Si $d \le Ri$, les propriétés des inclusions sont utilisées, sinon ce sont les propriétés de la matrice qui sont appliquées. Notons que nous ne considérons pas la zone de transition entre la matrice et les granulats. Un exemple de maillage généré pour le mortier est donné en Figure 2-22.



Figure 2-22 : Exemple de microstructure de mortier

Il est souvent recommandé de prendre une taille de VER de 3 à 4 fois plus grande que le diamètre de la plus grande inclusion [103]. Par conséquent, à l'échelle du mortier, pour des inclusions de sable d'un diamètre maximal de 4 mm, un VER de dimensions $1,5 \times 1,5$ cm² a été utilisé. À l'échelle du béton, des granulats 4/16 mm sont utilisés et la taille de la VER était de 4×4 cm².

6.1.4.3 Propriétés thermiques des phases

Les propriétés thermiques de la matrice sont calculées par une méthode d'homogénéisation comme suit :

- La densité homogénéisée de la pâte de ciment est calculée par ρ_(hom)= Σ₁⁵⁶ ρ_i. f_i où ρ_i [kg/m³] est la densité de la phase *i* de la pâte de ciment (*i*=1... 56, où 56 est le nombre total de phases dans la microstructure générée par VCCTL sous forme d'hydrates et phases de ciment non hydraté [48], [49]) et f_i la fraction volumique de chaque phase. La même équation est utilisée pour calculer les propriétés homogénéisées de la matrice de mortier considérée à l'échelle du béton, en considérant seulement deux composants : la pâte de ciment homogène et les grains de sable.
- La capacité thermique de la pâte de ciment homogénéisée est obtenue à partir de l'équation suivante :

$$C_{P(hom)} = \frac{\sum_{1}^{56} \rho_{i} \cdot A_{i} \cdot f_{i}}{\rho_{(hom)}} + \frac{\sum_{1}^{56} \rho_{i} \cdot B_{i} \cdot f_{i}}{\rho_{(hom)}} \cdot T + \frac{\sum_{1}^{56} \rho_{i} \cdot C_{i} \cdot f_{i}}{\rho_{(hom)}} \cdot \frac{1}{T^{2}}$$
(2-41)

Où A_i , B_i et C_i sont les coefficients de l'expression de la chaleur massique de chaque phase *i* données dans [48], [49]. A l'échelle du béton, pour la matrice solide formée du mortier homogénéisé, la capacité thermique utilisée est de 880 (J. kg⁻¹. K⁻¹). Celle-ci a été trouvée comme valeur courante. La valeur de cette propriété n'a pas d'effet majeur sur les résultats des simulations.

La conductivité thermique a été déterminée par analyse inverse. Le principe de la méthode consiste à déterminer, pour un matériau homogène, la valeur de la conductivité thermique effective qui permettrait de reproduire la même courbe d'évolution du flux, au cœur du VER, que celle d'un matériau hétérogène, dans lequel une conductivité thermique propre est affectée à chaque phase. Une simulation de transfert thermique transitoire est d'abord réalisée sur le VER <u>hétérogène</u> en imposant des températures différentes sur deux frontières opposées tout en

simulant un flux unidirectionnel. Une température froide (15°C) et une température chaude (25°C) sont imposées de façon à se rapprocher de la méthode fluxmétrique expérimentale. Pour simuler un transfert thermique en conduction unidirectionnel, des conditions de flux nul sont imposées sur les faces supérieures et inférieures du VER. Deuxièmement, la moyenne de flux thermique obtenue au centre du VER est utilisée comme entrée pour l'analyse inverse. Troisièmement, une simulation avec les mêmes conditions aux limites est effectuée sur un VER <u>homogène</u>, de la même taille que le volume hétérogène, donnant une valeur initiale pour la conductivité thermique. Cette dernière valeur est optimisée à l'aide de la méthode Levenberg-Marquardt [104] implémentée dans Cast3m afin de reproduire la même courbe thermique obtenue pour le volume hétérogène. Il s'agit d'une procédure itérative reposant sur la minimisation de la fonction représentant les écarts entre les flux. Une description de l'algorithme est donnée dans [105].

Les propriétés thermiques calculées aux échelles du mortier et béton sont données dans [49] joint en Annexe I.

6.1.4.4 Propriétés mécaniques des phases

Les propriétés mécaniques (E et ν) aux échelles de mortier et béton ont été déterminées en simulant des essais de compression simples sur des volumes représentatifs de la matrice hétérogène, en prenant la pente de partie linéaire de la courbe (σ - ε). La réponse globale est obtenue et les propriétés homogénéisées sont directement extraites des résultats, sans calibration [49] (Annexe I). Concernant la résistance à la traction f_{tk} , une valeur de 4 MPa est attribuée correspondant à la valeur moyenne pour un béton courant.

Les propriétés mécaniques calculées aux échelles du mortier et béton sont données dans l'article [49] (Annexe I).

Une analyse des courbes de déformations totales en fonction de la température a été présentée dans [49] aux différentes échelles, pâte, mortier et béton. Le calcul a été effectué à partir d'un VER de pâte ayant E/C=0,5 et saturée à 99%, dans les cas de 0 et 3% NaCl. Le rôle des inclusions dans l'augmentation de la rigidité du matériau a été mis en évidence dans cette étude.

6.2 Modèle thermique basé sur les données météorologiques

La modélisation thermo-chemo-mécanique du béton soumis au gel-dégel en situation réelle nécessite une bonne connaissance des conditions aux limites qui seront différentes de celles du laboratoire. Il est alors préférable de bien les identifier et d'analyser les effets sur le flux thermique dans le béton. Pour cela, un second modèle a été exploité pour tenir compte des données météorologiques.

Le modèle développé constitue un outil simple de modélisation du comportement thermique du béton exposé aux conditions climatiques qui permet de comprendre le comportement thermique du béton et vérifier sa dépendance aux différents paramètres inclus dans les conditions météorologiques d'exposition (le rayonnement solaire, la température de la masse d'air et d'autres processus climatiques). Le logiciel d'éléments finis Cast3m a été exploité en utilisant un schéma transitoire implicite connu sous " θ -method", une méthode qui permet de résoudre une équation différentielle du premier ordre obtenue en discrétisant spatialement les équations de la chaleur sur un maillage d'éléments finis. Le modèle est non linéaire pour tenir compte de l'effet de rayonnement.

Il est important de noter qu'en réalité, les mécanismes de transport de la chaleur dans les matériaux poreux tels que le béton sont complexes. Ils peuvent impliquer des processus de changement de phase (vaporisation, condensation et solidification dues aux cycles de gel/dégel et en fonction de l'état de saturation du matériau), du rayonnement thermique entre les particules, ainsi que de l'échange convectif dans la porosité [106]. Comme le milieu poreux est relativement petit par rapport au volume de la matrice solide, nous pouvons négliger ces phénomènes dans une première étape. Le terme de conductivité est considéré et est déterminé par la chaleur transférée entre les particules à l'intérieur du matériau.

Les types de transferts thermiques considérés ainsi que les équations de chaque mode sont détaillés dans la suite.

6.2.1 La conduction thermique

En régime transitoire le transfert thermique est régi par l'équation générale suivante où la température T (°C) est définie en tout point de l'espace et à tout instant t(s) par l'équation de Fourier :

$$\Delta T = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t}; \qquad (2-42)$$

Où Δ représente l'opérateur Laplacien et *a* la diffusivité du béton définie par $a = \frac{\lambda}{\rho.C}$

 λ (W.m⁻¹.K⁻¹) est la conductivité thermique du béton, ρ (kg.m⁻³) est la densité et *C* (J.kg⁻¹.K⁻¹) est la capacité thermique du matériau. Les valeurs de ces paramètres dépendent de la formulation du mélange de béton (rapport eau/ciment, pourcentage d'air entraîné, types de granulats, porosité...).

6.2.2 Flux de convection thermique

Le flux de convection thermique est donné par l'équation de Newton :

$$\boldsymbol{\varphi}_{\text{conv}} = \mathbf{h} \left(T_s - T_{air} \right); \tag{2-43}$$

Où φ_{conv} (W.m⁻²) représente le flux convectif entre la surface et l'air à une température T_{air} , T_s la température de surface et h le coefficient de convection dépendant de la vitesse de l'air et de la viscosité cinématique. De nombreuses corrélations existantes dans la littérature sont utilisées par d'autres chercheurs donnant l'évolution de h en fonction des vitesses de vent. L'effet de la convection a été étudié dans [107] où l'auteur a utilisé de nombreuses corrélations donnant le coefficient de convection thermique et a montré que le calcul de ce dernier peut modifier significativement les valeurs de température prédites. Cependant, les équations donnant le coefficient de convection thermique sont toutes basées sur des modèles empiriques calibrés sur des observations spécifiques et des mesures expérimentales. Dans cette étude, nous avons utilisé l'équation suivante donnée par Smith dans [108] qui convenait le mieux à notre modèle :

$$h = 6.22 + 8.73 \times V^{0.652} \tag{2-44}$$

Où V est la vitesse du vent (m/s) mesurée et rapportée par les stations météorologiques.

6.2.3 Flux de rayonnement solaire

Le rayonnement solaire présente la somme de deux composantes : le flux direct et le flux diffus. Cette dernière provient de la déviation d'une partie du rayonnement solaire direct lors de son passage dans l'atmosphère par des phénomènes optiques, et notamment des effets de réflexion et de réfraction par les gouttelettes d'eau présentes dans l'atmosphère et dans les nuages. Le rayonnement solaire propage l'énergie sous forme d'ondes courtes arrivant à la surface des matériaux. Dans cette étude, nous n'avons pas calculé la valeur du flux solaire puisque nous disposons des données de la station météorologique du flux solaire global (W/m²) mesurée par un pyranomètre pendant toute la période d'étude.

Le matériau absorbe cette énergie en fonction de sa valeur d'absorptivité γ_{abs} qui dépend de la couleur de la surface et varie de 0,5 à 0,9 respectivement pour le béton neuf et le béton ancien [109].

6.2.4 Flux thermique de rayonnement à longues longueur d'ondes

Le flux thermique de rayonnement à longues longueur d'ondes φ_{irr} correspond au rayonnement entre la surface du béton et le ciel et peut être calculé par l'équation suivante :

$$\varphi_{\rm irr} = \varepsilon \times \sigma (T_s^4 - T_{sky}^4), \qquad (2-45)$$

Où ε représente l'émissivité du matériau en béton qui est approximativement égale à 0,90, σ le coefficient de Stephan-Boltzmann égal à 5,67x10⁻⁸ (W.m⁻².K⁻⁴) et T_{sky} la température effective du ciel qui est différente de la température de l'air (c'est en fait la température d'un corps noir ayant le même flux que le rayonnement atmosphérique descendant et n'est pas égale à la température de l'air [109]). En ce qui concerne la méthode de détermination de cette variable, un thermomètre infrarouge portable peut mesurer rapidement la température du ciel; cependant, cet instrument ne peut pas donner les mesures précises requises [110]. Des chercheurs d'autres domaines ont conçu et construit des prototypes de dispositifs en laboratoire pour mesurer la température du ciel, mais aucun de ces dispositifs n'a été universellement prouvé comme donnant des mesures précises. En revanche, le rayonnement de longue longueur d'onde descendant peut être mesuré avec plus de précision par un pyrogéomètre ou un radiomètre. Cependant, en raison du coût élevé des équipements et du défi que représentent l'étalonnage des instruments et le contrôle de la qualité, la

mesure du rayonnement de longue longueur d'onde est encore rarement disponible [110]. De nombreuses corrélations existent pour estimer la valeur T_{sky} . En l'absence de données sur la température du point de rosée (T_{dp}), on peut supposer que T_{sky} est de 6 K inférieure à la température ambiante du bulbe sec de l'air [111] (cité dans [106] et [112]). Malgré le fait que $T_{air} \neq T_{sky}$, de nombreux chercheurs ont utilisé T_{air} dans la relation de Stephan-Boltzmann. Plus précisément, la température du ciel est beaucoup plus basse que la température de l'air ambiant [113]. Dans notre code, nous avons utilisé la relation suivante donnée par Berdhal et Fromberg dans [114] :

$$T_{sky} = \varepsilon_{sky}^{0.25} \times T_{air}; \qquad (2-46)$$

Où ε_{sky} est l'émissivité du ciel donnée par temps clair comme suit [115]:

$$\varepsilon_{sky} = 0.754 + 0.0044 \times T_{dp};$$
 (2-47)

Comme nous n'avions pas accès à l'ensemble des mesures des données météorologiques de la température du point de rosée, T_{dp} a été estimée par l'équation utilisée par [116]:

$$T_{dp} = \frac{243.04 \times \alpha(T, HR)}{17.625 - \alpha(T, HR)} ; \qquad (2-48)$$

$$\alpha(T, HR) = \ln\left(\frac{HR}{100}\right) + \frac{17.625 \times T}{243.04 + T};$$
(2-49)

Où HR est l'humidité relative en (%), cette corrélation est donnée pour une *T* comprise entre -40° C et $+50^{\circ}$ C.

Chapitre 3 : Ecaillage du béton exposé au gel-dégel-Caractérisation des conditions thermiques des essais normatifs avec le cycle [+20/-20°C]

L'ensemble des essais actuels de caractérisation de la résistance du béton à l'écaillage, en présence de sels de déverglaçage, présentent de multiples différences. Parmi les points de différences entre la méthode du Slab Test et la norme Française d'écaillage XP P18-420, nous citons le type de la surface d'essai. Il est souvent rappelé que la norme française XP P18-420 pourrait être remplacée par le prEN/CEN TS 12390-9 lorsque ce dernier sera harmonisé. Selon la norme Française, la surface d'essai est la surface du fond de moule supposée être représentative de la surface coffrée d'une structure en béton qui sera exposée à l'environnement extérieur suite au décoffrage. Pourtant, pour le Slab Test, la surface d'essai est la surface sciée représentant la surface exposée d'un ouvrage en béton après avoir perdu quelques millimètres de sa peau superficielle. Ce point fait l'objet de discussions à l'échelle européenne. Par ailleurs, le constat des défauts de fiabilité des essais d'écaillage a imposé de penser à prendre en compte tous les facteurs affectant la résistance du béton vis-à-vis de cette dégradation, y compris l'effet de la carbonatation des surfaces d'essai. Il a été proposé dans plusieurs études d'intégrer une phase de carbonatation dans la période de cure afin de mieux se rapprocher des conditions naturelles d'exposition et diminuer la dispersion des résultats, notamment lorsqu'il s'agit d'études comparatives inter-laboratoires. Dans ce chapitre, nous exploitons l'effet du type de la surface d'essai et celui de l'intégration d'une période de carbonatation sur la résistance du béton à l'écaillage. Une étude des conditions thermiques imposées a été aussi réalisée dans le but d'évaluer la pertinence technico-scientifique du cycle normatif de $[+20/-20^{\circ}C]$.

1 Modes de cure adoptés

Nous décrivons dans la suite les procédures de cure adoptées pour cet essai. Nous rappelons que deux gâchées d'éprouvettes ont été préparées pour les essais d'écaillage sous le cycle [+20/-20 °C], chacune a été testée dans un laboratoire (GeM et SigmaBéton). Le laboratoire GeM a été désigné par lab 1 et le laboratoire SigmaBéton par lab 2 dans la suite.

Dans le cas des deux gâchées, des cubes de dimensions $15 \times 15 \times 15$ cm³ ont été confectionnés dans un malaxeur vertical et vibrés sur une table vibrante. La procédure globale de pré-conditionnement a été présentée dans la section 3.1 du chapitre 2. Suite au sciage des cubes en deux, seize éprouvettes ont été obtenues dans chacun des deux laboratoires.

Pour les essais de laboratoire, la carbonatation naturelle ne peut avoir lieu que pendant la période de stockage qui est de 21 jours à 65% HR et 20°C. Aucune carbonatation de surface n'est possible au cours des cycles de gel-dégel puisque les éprouvettes sont couvertes par la solution saline en surface, ce qui ne constitue pas des conditions hygrothermiques permettant la diffusion du CO₂. Il a donc été proposé d'intégrer une phase de carbonatation de la surface d'essai pendant la période de cure des éprouvettes testées afin de mieux se rapprocher des conditions naturelles d'exposition [2], [16], [119] en prenant en compte l'effet du vieillissement du béton. Afin de simuler les conditions d'une carbonatation accélérée, huit éprouvettes parmi les seize (dont quatre sont à faces fond de moule et quatre à surface sciée) ont été placées, à partir de l'âge de 15 jours, dans une enceinte climatique de carbonatation réglée à 65% HR, 20°C et 3% CO₂ (ces conditions hygrothermiques étant les conditions optimales pour la diffusion du dioxyde de carbone). Ce type de cure est désigné dans la suite par « cure dans CO₂ ». Pour les autres éprouvettes qui ont été conservées dans l'enceinte à 65% HR et 20°C, sans régulation du CO₂, ce type de cure est désigné dans la suite par « cure dans CO₂ ».

A l'âge de 25 jours, les éprouvettes ont été configurées conformément à la méthode décrite dans la section 3.2 du chapitre 2. A l'âge de 31 jours, huit éprouvettes ayant subies la cure dans l'air et huit autres éprouvettes dans 3% CO₂, (dont quatre à face sciée et quatre à face fond du moule dans le cas de chaque type de cure) ont été exposées aux cycles de gel-dégel, dans chacun des deux laboratoires.

2 Caractérisation de la composition de la surface d'essai

Dans le but de caractériser l'effet de la période de cure des éprouvettes sur la composition de la surface d'essai, une étude qualitative a été réalisée sur des piluliers prélevés à quelques millimètres de la surface des éprouvettes, après avoir essuyé la couche de laitance superficielle (couche de calcite). Une analyse thermogravimétrique semblait intéressante afin de caractériser la composition de la surface des éprouvettes suite aux différentes périodes de cure adoptées (cure dans l'air et cure

dans le CO₂). Le programme choisit prévoit une montée en température linéaire avec une vitesse de 20°C/min depuis la température ambiante ($20\pm2^{\circ}$ C) jusqu'à 900°C. Nous traitons les courbes DTG qui sont les dérivées des courbes de perte de masse obtenues par analyse thermogravimétrique. Deux échantillons ont été prélevés des surfaces des éprouvettes ayant subies la cure dans l'air et deux autres des surfaces des éprouvettes ayant subies la cure dans le CO₂. Les courbes DTG moyennes obtenues sont présentées dans la Figure 3-1.



Figure 3-1 : Analyse thermogravimétrique des surfaces des éprouvettes.

Nous observons les pics suivants :

- Premier pic légèrement avant 150°C : ce pic correspond à la perte de masse associée à la déshydratation du gel de C-S-H.
- ii. **Deuxième pic à 450°C :** ce pic correspond à la décomposition de la portlandite (Ca(OH)₂) en chaux (CaO) suivant la réaction suivante : Ca(OH)₂ \rightarrow CaO + H₂O.
- iii. Pics entre 550 et 750 °C : ces pics correspondent à la décomposition des carbonates [117]. Il s'agit de la vatérite et de l'aragonite, des polymorphes instables de la calcite. Il en résulte un dégagement de CO₂. On observe ces pics justement pour les échantillons prélevés à partir des éprouvettes ayant subies la cure dans le CO₂, pourtant ils sont absents dans les courbes des échantillons dont la cure est dans l'air.
- iv. Pic à 800°C environ : ce pic correspond à la décomposition de la calcite CaCO₃ (contenue dans le ciment et dans la portlandite carbonatée). Il en résulte un dégagement de CO₂ selon l'équation de la réaction suivante CaCO₃ → CaO + CO₂.

Les échantillons prélevés à partir des éprouvettes ayant subi la cure dans l'air contenait encore de la portlandite, par contre le pic de décomposition de la portlandite à 450°C apparaît moins prononcé pour les échantillons prélevés à partir des éprouvettes ayant subi la cure dans le CO₂, étant donné que la portlandite a été carbonatée.

L'effet de la carbonatation de la surface se manifeste surtout au niveau du pic de calcite plus prononcé dans le cas des échantillons carbonatés suite à la transformation de la portlandite en calcite. Aussi, on remarque la formation de carbonates instables au niveau des surfaces carbonatées à partir des pics de la vatérite et de l'aragonite apparus entre 550°C et 750°C. La vatérite et l'aragonite sont des polymorphes du carbonate de calcium qui se forment en modes I et II [120] de carbonatation, ils sont respectivement 90% et 20% plus soluble que la calcite [121]. Ils apparaissent au cours de la carbonatation et se transforment en calcite si la carbonatation est poursuivie.

La profondeur de carbonatation a été mesurée sur une éprouvette $(15 \times 15 \times 7 \text{ cm}^3)$ ayant subi la cure dans le CO₂ en simulant un essai de rupture à l'aide de la presse 3R après avoir provoqué une entaille au milieu de l'éprouvette. La profondeur a été mesurée par pulvérisation d'une solution à 1% de phénolphtaléine. La Figure 3-2 montre que la cure dans le CO₂ adoptée provoque une profondeur de carbonatation de l'ordre de 1,5 cm, uniformément répartie dans les deux parties de l'éprouvette. Une éprouvette ayant subi la cure dans l'air a été également fendue, aucun front de carbonatation n'a été identifié.



Figure 3-2 : Photo montrant la profondeur de carbonatation d'une éprouvette $15 \times 15 \times 7$ cm³ ayant subi la cure à 65% HR, 20°C et 3% CO₂.

3 Conditions thermiques des essais d'écaillage

3.1 Présentation des enceintes climatiques utilisées

Les éprouvettes ont été exposées au gel-dégel dans deux enceintes climatiques ACFRI AR240/P850 et BINDER MKF 240 aux laboratoires SigmaBéton de VICAT et GeM de Centrale Nantes, respectivement.



Figure 3-3 : Enceinte climatique ACFRI de SigmaBéton.

Figure 3-4 : Enceinte climatique BINDER MKF 240 du GeM.

Les Figure 3-3 et Figure 3-4 montrent les deux enceintes climatiques utilisées. Pour l'enceinte ACFRI, la ventilation est assurée à l'aide d'un système formé de 12 ventilateurs distribués dans l'enceinte sur les côtés, le long de la hauteur, permettant une distribution du débit d'air dans le volume de l'enceinte, comme il est montré dans la Figure 3-3. Pour l'enceinte climatique BINDER MKF 240, un seul ventilateur est présent au fond de l'enceinte. Pourtant, la distribution de l'air est effectuée par le biais de perforages présents de part et d'autre des grilles, comme le montre la Figure 3-4.

Les deux enceintes utilisées permettent un refroidissement et un chauffage rapide et la plage de régulation de la température est large. L'enceinte BINDER MKF 240 permet la régulation de l'HR.

3.2 Chargements thermiques imposés

Les chargements thermiques imposés ont été le cycle [+20/-20 °C] conformément aux spécifications techniques du CEN /TS 12390-9 du Slab Test et à la norme Française XP P18-420 pour les essais du GeM et de SigmaBéton, respectivement. La Figure 3-5 montre les températures nominales des cycles au cours de 24 heures, conformément aux deux méthodes, ainsi que les fuseaux de tolérances de chacune.



Figure 3-5 : Températures nominales pendant 24h conformément au Slab test et au XP P18-420 ainsi que les fuseaux de tolérances de chaque cycle.

Pour les essais réalisés au laboratoire SigmaBéton, la température a été pilotée et suivie dans la saumure d'une seule éprouvette de témoignage à l'aide d'une sonde Pt100.

Dans le cas des essais effectués au laboratoire GeM, la consigne a été pilotée dans l'air de l'enceinte et les températures dans les saumures de plusieurs éprouvettes testées ont été suivies en plongeant un thermocouple en surface de chacune.

Une cartographie montrant la disposition des éprouvettes dans l'enceinte ainsi que celle des thermocouples hermétiquement scellés est présentée dans la Figure 3-6. Huit thermocouples ont été utilisés désignés par CHAN_i (i=0,...,7) plongés dans les saumures de huit éprouvettes parmi celles testées (les éprouvettes sont désignées par E_j, F_j, G_j et D_j (j=1,...,4)). Des éprouvettes « cadavres », non suivies, ont été placées



Figure 3-6 : Une cartographie montrant la disposition des éprouvettes et des thermocouples dans l'enceinte.

dans les positions non occupées de l'enceinte afin d'assurer une ventilation homogène dans celleci.

4 **Résultats et Discussions**

4.1 Evolutions des courbes d'écaillage

Tous les sept cycles, les masses écaillées ont été collectées dans un tamis de 63 microns selon la méthode présentée dans la section 3.3 du chapitre 2.

Les Figure 3-7 et Figure 3-8 donnent les évolutions des moyennes de pertes cumulées au cours des 56 cycles de gel/dégel pour les deux laboratoires. Le type de la surface d'essai (SS pour Surface Sciée, FM pour face Fond de Moule), le type de cure (cure dans CO_2 et cure dans l'air) ainsi que le laboratoire opérateur de l'essai (lab 1 et lab 2) sont désignés dans la légende de chaque graphe. La moyenne a été calculée sur quatre éprouvettes d'essai de chaque série. Les points verticaux de part et d'autre de la moyenne représentent les valeurs maximales et minimales obtenues sur les quatre éprouvettes de chaque série. Les résultats d'écaillage des éprouvettes sont donnés dans la section 1 en Annexe IV.





4000

3500

3000

2500

2000

1500



Figure 3-8 : Moyennes de pertes cumulées des éprouvettes à Face Moulée (FM) ayant les cures dans l'air et CO₂ dans le cas des deux laboratoires.

49

56

63

-Moyenne - Cure dans CO2 - FM, lab 1

🔶 Moyenne - Cure dans l'air - FM, lab 1

Moyenne - Cure dans CO2 - FM, lab 2

Moyenne - Cure dans l'air - FM. lab 2

Nous évaluons dans la suite l'effet du type de la surface d'essai et celui du type de cure sur les résultats d'écaillage.

4.1.1 Eude de l'effet du type de la surface d'essai exposée au gel-dégel

D'après les Figure 3-7 et Figure 3-8, les moyennes de pertes cumulées après 56 cycles de gel-dégel pour le lab 1, pour les éprouvettes à surface sciée sont de 1004 g/m² (cure dans l'air) et 1027 g/m² (cure dans CO₂). Pour les éprouvettes à face fond de moule, nous avons obtenu 1739 g/m² (cure dans l'air) et 2296 g/m² (cure dans CO₂). Pour le lab 2, pour les éprouvettes à surface sciée, nous avons obtenu 644 g/m² (cure dans l'air) et 359 g/m² (cure dans CO₂). Pour la face fond de moule, nous avons obtenu 1953 g/m² (cure dans l'air) et 1549 g/m² (cure dans CO₂).

L'interprétation des résultats d'écaillage selon le type de la surface d'essai pour un même type de cure montre que la face fond de moule présente beaucoup plus d'écaillage que la surface sciée. Ceci est lié à la proportion de pâte qui différent pour les deux surfaces d'essai (voir schéma Figure 3-9).



Figure 3-9 : Description schématique de la variation de la teneur en pâte et de l'effet de la ségrégation en fonction du type de la surface d'essai.

En effet, la face fond de moule est complètement couverte par la pâte de ciment contrairement à la surface sciée qui quant à elle, n'est couverte qu'à 30% en pâte. La ségrégation et la formation de peau du béton (couche limite externe) sont également responsables de la faible résistance à l'écaillage de la face du fond de moule, surtout dans le cas de cette formulation de béton à E/C=0,5. En effet, la ségrégation conduit à une porosité locale élevée et à une forte teneur en agrégats au niveau du fond de moule. Ceci a pour effet de fragiliser cette face et diminuer sa résistance à l'écaillage en la rendant moins compacte. Nous constatons ainsi qu'en plus des contraintes thermiques exercées par la couche de glace sur la surface du béton conformément au modèle du

glue-spalling [19], l'écaillage pourrait être aussi lié à la microstructure poreuse de la surface de béton exposée. Au cours du gel, la glace formée dans les pores proches de la surface exposée saturée pourrait induire le développement de différentes pressions qui favorisent l'écaillage suite au gonflement des pores proches de la surface exposée. Ces mécanismes s'accentuent dans le cas de la face fond de moule moins compacte et plus poreuse que le cœur du béton.

En outre, d'après les Figure 3-7 et Figure 3-8, nous observons que la vitesse de dégradation des éprouvettes à face fond de moule est plus rapide que celle des éprouvettes à surface sciée. Les courbes moyennes de pertes cumulées de la surface sciée évoluent suivant des droites à allures linéaires, de faible pente par rapport à celles du fond de moule, dans le cas des deux types de cure. Ceci est vrai dans les résultats des deux laboratoires.

En vue des fortes différences dans les taux d'écaillage de la surface sciée et la face du fond de moule, nous constatons une forte divergence dans les résultats de qualification d'un même béton dépendamment du type de la surface d'essai testée.

Une uniformisation du type de la surface d'essai paraît donc primordiale, étant donné que les essais actuels de caractérisation de la résistance du béton à l'écaillage se font sur des surfaces différentes (tel qu'il en est le cas pour le slab test du CEN/TS 12390-9 et la norme française XP P18-420).

4.1.2 Etude de l'effet de la carbonatation de la surface d'essai

Il est connu que dans le cas du ciment Portland, la carbonatation permet de combler la porosité de la surface par la formation de calcite dont le volume molaire est supérieur à celui de la portlandite. Ceci devrait tendre à améliorer la résistance de la surface à l'écaillage en la densifiant [72], [87], [122], [123], [74], alors que le contraire se produit dans le cas des bétons à base des liants contenant des laitiers [69], [72], [124], [125]. Nous avons essayé de voir dans cette partie quel serait l'effet de l'intégration d'une phase de carbonatation du béton pendant la phase de cure, sans modifier l'âge des éprouvettes au début des cycles de gel-dégel.

Les résultats du laboratoire 1 concernant l'effet du type de cure sur la résistance à l'écaillage des éprouvettes **à surface sciée** (Figure 3-7) nous montrent que la cinétique d'évolution des pertes cumulées des éprouvettes dont la cure a été dans le CO_2 est plus grande que celles des éprouvettes qui ont été conservées dans l'air. Pourtant, les taux d'écaillage des deux séries d'éprouvettes sont presque identiques après 56 cycles de gel-dégel (1004 et 1027 g/m² dans les cas de cures dans l'air et dans le CO_2 respectivement). Cependant, nous n'avons pas obtenu le même résultat dans le cas

du laboratoire 2 où la carbonatation semble diminuer la vitesse de dégradation ainsi que le taux d'écaillage après 56 cycles des éprouvettes à **surface sciée** (moyenne de pertes cumulées de 359 g/m²) par rapport à celles dont la cure a été réalisée dans l'air (moyenne de pertes cumulées de 644 g/m²).

Dans le cas des éprouvettes à **face fond de moule** (Figure 3-8), les éprouvettes carbonatées montrent d'abord une vitesse de dégradation plus rapide que celle des éprouvettes dont la cure a été réalisée dans l'air, dans le cas des deux laboratoires. Ceci ne reste pas vrai à partir du $42^{\text{ème}}$ cycle de gel-dégel dans le cas du labo 2 suite à un changement brusque de l'allure de la courbe de moyenne de pertes cumulées des éprouvettes à **face fond de moule**, cure dans le CO₂. Du coup, d'après la Figure 3-8, après 56 cycles, les moyennes des pertes cumulées des éprouvettes à **face fond de moule** sont de 1739 et 2296 g/m² dans le cas du laboratoire 1, cure dans l'air et cure dans le CO₂ respectivement, et 1953 et 1549 g/m² dans le cas du laboratoire 2, cure dans l'air et cure dans le CO₂ respectivement.

L'augmentation de la résistance du béton à l'écaillage a été mise en évidence dans les résultats du laboratoire 2 (les pertes par écaillage diminuent de 44% pour la face sciée et de 21% pour la face fond du moule). Toutefois, nous ne retrouvons pas le même résultat dans le cas du laboratoire 1, bien que la cure dans le CO₂ a été réalisée dans la même enceinte de carbonatation. Ainsi, nous n'avons pas pu vérifier comment l'intégration d'une phase de carbonatation accélérée pendant la période de conservation pourrait-elle affecter la résistance du béton à l'écaillage, en vue des résultats non-cohérents obtenus dans les deux laboratoires. Ceci pourrait être lié à la courte période de carbonatation accélérée imposée (12 jours) qui a entraîné la formation de carbonatation accélérée pendant la phase de cure des éprouvettes n'est pas forcément une solution pratique parce que ceci prolongera la durée totale de l'essai.

4.1.3 Une étude de la fiabilité des essais d'écaillage

La Table 3-1 regroupe les données statistiques des deux laboratoires calculées sur les 4 éprouvettes de chaque série d'éprouvettes.

Le seuil adopté par la norme française XP P 18-420 pour évaluer la résistance du béton à l'écaillage est une moyenne de perte cumulée de 600 g/m² après 56 cycles de gel-dégel. A ce seuil, nous ajoutons une marge de tolérance de 150 g/m². Ainsi, tout béton ayant une valeur moyenne de pertes

cumulées par écaillage après 56 cycles de gel-dégel en-dessous de 750 g/m² est considéré résistant, selon la norme Française. Aucune indication concernant le seuil du taux d'écaillage n'a été trouvé dans la méthode du slab test du CEN/TS 12390-9.

Laboratoire 1	FM air	FM CO ₂	SS air	SS CO ₂
Moyenne (g/m ²)	1738,67	2296,52	1004,24	1026,97
Ecart-type (g/m ²)	713,38	967,95	771,43	397,79
Coefficient de variation (%)	41,03	42,15	76,82	38,73
Médiane (g/m ²)	1850,67	2117,97	720,33	1079,88
Max (g/m ²)	2467,94	3512,08	2142,11	1395,61
Min (g/m ²)	785,41	1438,06	434,19	552,51
Laboratoire 2	FM air	FM CO ₂	SS air	SS CO ₂
Laboratoire 2 Moyenne (g/m ²)	FM air 1953,24	FM CO ₂ 1549,20	SS air 644,05	SS CO ₂ 358,97
Laboratoire 2 Moyenne (g/m²) Ecart-type (g/m²)	FM air 1953,24 589,37	FM CO₂ 1549,20 642,82	SS air 644,05 290,98	SS CO ₂ 358,97 43,83
Laboratoire 2 Moyenne (g/m²) Ecart-type (g/m²) Coefficient de variation (%)	FM air 1953,24 589,37 30,17	FM CO2 1549,20 642,82 41,49	SS air 644,05 290,98 45,18	SS CO ₂ 358,97 43,83 12,21
Laboratoire 2 Moyenne (g/m²) Ecart-type (g/m²) Coefficient de variation (%) Médiane (g/m²)	FM air 1953,24 589,37 30,17 1983,27	FM CO2 1549,20 642,82 41,49 1340,35	SS air 644,05 290,98 45,18 566,18	SS CO ₂ 358,97 43,83 12,21 363,00
Laboratoire 2 Moyenne (g/m²) Ecart-type (g/m²) Coefficient de variation (%) Médiane (g/m ²) Max (g/m²)	FM air 1953,24 589,37 30,17 1983,27 2591,27	FM CO2 1549,20 642,82 41,49 1340,35 2439,52	SS air 644,05 290,98 45,18 566,18 1060,79	SS CO₂ 358,97 43,83 12,21 363,00 398,47

Table 3-1 : Données statistiques sur les pertes cumulées après 56 cycles de gel-dégel, résultats des deux laboratoires.

Nous précisons que nous parlons d'une étude intra-laboratoire lorsqu'il s'agit d'une évaluation de la dispersion des résultats au sein d'un même laboratoire. Par contre, lorsque les résultats de deux ou plusieurs laboratoires sont comparés, il s'agit d'une étude inter-laboratoires. Du point de vue quantitatif, les résultats d'écaillage inter/intra-laboratoires sont dispersés. Etant donné que certaines différences existent dans les paramètres thermiques des cycles de gel-dégel de [+20/-20°C] imposés dans les deux laboratoires (en termes de vitesses de gel et de dégel, section 3.2), nous n'attendions pas à avoir des taux d'écaillage parfaitement identiques. Pourtant, la qualification finale du béton testé devrait être au moins la même, avec des taux d'écaillage qui ne soient pas si écartés. Or, nous remarquons d'après les valeurs moyennes de pertes cumulées enregistrées à l'échéance des 56 cycles (Figure 3-7), qu'en considérant les éprouvettes à surface sciée testées au laboratoire 2, le béton est qualifié comme résistant quel que soit le type de cure (cure dans CO₂, ou

cure dans l'air). Cependant, en considérant les résultats du laboratoire 1, le béton est évalué comme non-résistant à l'écaillage. En considérant les résultats des éprouvettes à face fond de moule, le béton est qualifié comme non-résistant à l'écaillage, quel que soit le type de cure, dans le cas des deux laboratoires d'essai. Même si le diagnostic en termes de grandes tendances est le même pour les éprouvettes à face fond de moule uniquement (toutes qualifiées comme non-résistantes), les valeurs de pertes mesurées sont dispersées dans le cas des deux surfaces d'essai, d'un point de vue quantitatif.

La dispersion est encore plus importante dans le cas de la surface sciée où même l'évaluation qualitative n'est pas reproductible.

En plus du manque de cohérence des résultats inter-laboratoires, nous constatons une grande dispersion des résultats au sein du même laboratoire (points verticaux de part et d'autre des valeurs moyennes, Figure 3-7, Figure 3-8). Le calcul du coefficient de variation des éprouvettes de chaque série au cours des cycles de gel-dégel le montre. Ce coefficient est défini comme étant le rapport entre l'écart-type et la moyenne, il permet de juger la dispersion des résultats des éprouvettes autour de la moyenne.

Etant donné qu'il s'agit d'un essai normatif d'évaluation des performances du béton nous nous attendons à ce que les résultats soient fiables afin de pouvoir évaluer qualitativement et quantitativement le matériau testé, or ceci n'a pas été le cas.

4.1.4 Relation entre l'écaillage et le facteur d'espacement

Si nous reprenons les valeurs des facteurs d'espacement des deux confections utilisées pour les essais des deux laboratoires (Table 2-5), les \overline{L} des surfaces sciées dans les essais des deux laboratoires sont très proches tout en étant supérieures à 200 µm : $\overline{L} = 274$ µm (béton pour les essais de SigmBéton) et : $\overline{L} = 266$ µm (béton pour les essais du GeM) ce qui devrait correspondre à une formulation non-résistante dans le cas des deux gâchées. Par contre, la surface sciée a été qualifiée résistante selon les résultats d'un laboratoire et non-résistante selon les résultats de l'autre.

Un facteur d'espacement faible est ainsi une condition nécessaire pour avoir une bonne tenue au gel mais il s'avère que cela n'est pas suffisant pour garantir une résistance du béton formulé à l'écaillage. Ceci pourrait être une indication qu'un autre paramètre non lié à la composition du béton co-gouverne la résistance du béton à l'écaillage et qui nécessite d'être considéré.

4.2 Etude des distributions de température dans l'enceinte au cours des cycles [+20/-20°C]

En vue de la grande dispersion des résultats de dégradation obtenus sur les différentes éprouvettes et connaissant l'effet de la température sur les mécanismes de dégradation du béton par l'action du gel, une attention particulière a été donnée aux évolutions de température dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte.

4.2.1 Evolutions de température dans les saumures des éprouvettes testées dans l'enceinte

Les évolutions de température dans les saumures de huit éprouvettes ont été enregistrées dans le laboratoire 1, comme il a été décrit dans la section 3.2. Un extrait de ces évolutions est présenté dans la Figure 3-10 au cours de 7 cycles de gel-dégel.



Figure 3-10 : Evolutions de températures dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte ainsi que le fuseau de tolérance du slab test.

On remarque d'abord que le fuseau de tolérance du Slab Test est complétement balayé. Une forte dispersion est aussi identifiée dans les évolutions de température selon la position de l'éprouvette dans l'enceinte climatique. Les températures minimales et maximales atteintes dans les saumures varient de plus de 3°C et 8°C respectivement, selon la position dans l'enceinte. L'équilibre thermique n'a pas donc été établi au niveau des paliers de températures maximales et minimales

imposées dans la consigne. Les cycles de gel-dégel enregistrés variaient entre $-18 / +10^{\circ}$ C et $-21/+19^{\circ}$ C suivant des taux de gel et de dégel très variés, tout en restant quand même dans le fuseau de tolérance. D'ailleurs, à un même instant *t*, une différence de température de 9°C a été enregistrée dans les saumures de deux éprouvettes, comme le montre la Figure 3-10.

Un écart dépassant 10°C a été également observé dans les mesures d'autres laboratoires allemand et belge hautement qualifiés dans les essais de gel-dégel, comme il a été rapporté lors de la 8ème réunion du comité européen de normalisation des essais de gel-dégel en Juin 2015 au Mont Aigoual (données non publiées).

Cet écart n'est pas négligeable et remet en question la fiabilité de l'essai, en vue de la dispersion des conditions thermiques auxquelles les éprouvettes sont exposées dans l'enceinte.

4.2.2 Palier de nucléation de la glace

Le changement de phase de l'eau se fait en quatre phases :

- i. L'eau dans le béton reste liquide au-dessous de 0°C, c'est la surfusion.
- La formation de glace commence, étant donné qu'il s'agit d'une réaction exothermique, la température remonte vers 0°C.
- L'équilibre entre l'apport de chaleur assuré par la formation de la glace et la perte de chaleur dans l'environnement est assuré. Un palier de température apparaît tant que l'eau susceptible de geler est toujours liquide. Celle-ci migre vers le front de glace en développement.
- iv. Une fois l'eau gelée, le dégagement de chaleur cesse et la température baisse et suit la consigne imposée.

La température de nucléation apparaît sous forme d'une inflexion de la courbe, au niveau de la phase de gel. Une observation des évolutions de température dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte a montré que le point de nucléation (définissant l'amorçage du processus de formation de glace) n'était pas répétable, même pour les éprouvettes placées au même étage (section 2.1 en Annexe IV). Pour une solution à 3% NaCl, la température de nucléation devrait être de l'ordre de -2°C [19] [126]. Pourtant, d'après les enregistrements de température, la formation de la glace fut amorcée à des températures variables entre -2 et -7°C selon la position de l'éprouvette dans l'enceinte. La durée du palier de changement de phase a été
aussi variable allant de 9 à 40 min. Etant donné que la même solution saline a été versée en surface des éprouvettes (donc même concentration en sel, solution à 3% NaCl), la variabilité observée dans la température de nucléation a été liée à une dispersion dans la distribution de température due à une ventilation non homogène dans l'enceinte au cours du cycle de [+20/-20°C] imposé qui est d'amplitude 40°C. Nous rappelons que la déformation thermique est donnée par $\varepsilon = \alpha . \Delta T$ où α est le coefficient d'expansion thermique du béton. Celui-ci est de l'ordre de 10⁻⁵ K⁻¹, ΔT étant la variation de la température. Dans le cas des éprouvettes ayant des points de nucléation variables, nous remarquons qu'en passant de 0°C à -2°C ou -7°C, la déformation thermique du béton diffère d'au moins 50 $\mu m/m$, l'effet est de plus en plus important sous l'effet des cycles de gel-dégel répétitifs. D'où l'importance de maintenir une température de nucléation homogène pour les différentes éprouvettes testées.

4.2.3 Effet de la régulation de l'humidité relative au cours des cycles

La régulation de l'humidité relative dans les plages de températures qui le permettent devrait favoriser l'homogénéisation de la ventilation dans l'enceinte. En effet, l'augmentation de la teneur en vapeur d'eau dans l'air réduit sa densité, ceci pourrait sembler contre-intuitif au premier abord. Or, la masse molaire de la molécule d'eau (18 g/mol) est inférieure à la masse molaire d'air sec (environ 29 g/mol). Pour tout gaz idéal, à une température et une pression données, le nombre de molécules est constant pour un volume particulier d'après la loi d'Avogadro. Ainsi, lorsque des molécules d'eau (vapeur d'eau) sont ajoutées à un volume d'air donné (c'est-à-dire pour rendre l'air plus humide), les molécules d'air sec doivent diminuer du même nombre, par conséquent, la densité de l'air diminue. Imposer une humidité relative de 80% dans la plage B du diagramme de régulation de l'HR en fonction de la température pour l'enceinte BINDER MKF 240 (section 2.2 en Annexe IV) a permis d'améliorer la distribution de température dans les différentes positions de l'enceinte puisque la répartition d'un air humide est plus facile que celle d'un air sec, ce dernier étant plus lourd. La Figure 3-11 montre la répartition de l'humidité relative.



Figure 3-11 : Evolutions de températures dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte, en contrôlant l'HR.

Les courbes de température dans les saumures surmontant les éprouvettes placées à différentes positions ont été rendues moins dispersées en réglant l'humidité relative à une valeur de 80%, (Figure 3-11). Aussi, la répétabilité du palier de changement de phase au niveau du point de nucléation a été améliorée en température et en durée. En outre, l'écart de température mesurée dans les saumures de deux éprouvettes placées dans deux positions dans l'enceinte est passé de 9°C à 6°C après régulation de l'HR au cours des cycles. Pourtant, les vitesses de gel et de dégel des différentes éprouvettes demeurent en quelque sorte dispersées, l'amplitude thermique appliquée (40°C sur 24h) était supposée être la raison derrière cette dispersion.

Aucune indication sur la régulation de l'humidité relative n'a été donnée dans les essais normatifs actuels, ceci pourrait être lié au fait que le contrôle d'HR n'est pas possible dans toutes les enceintes climatiques disponibles dans les laboratoires industriels. Le fuseau de tolérance a été également établi sans prendre en compte la régulation de l'humidité relative pendant l'essai (et d'ailleurs c'est pour cette raison que nous ne l'avons pas placé sur le graphe de la Figure 3-11).

4.3 Modélisation numérique des déformations des éprouvettes de béton exposées aux cycles de gel-dégel dans l'enceinte climatique

Dans le but d'étudier l'effet de la dispersion des conditions thermiques imposées sur la dégradation du béton testé, nous avons eu recours à la modélisation numérique en adoptant l'approche multiéchelles développée dans la section 6.1 du chapitre 2. Comme il a été présenté, cette approche permet de modéliser les déformations de VERs de béton exposés aux cycles de gel-dégel. Les divers paramètres définissant les conditions d'exposition du béton au gel-dégel sont pris en compte, tant en ce qui concerne la température minimale, la concentration en sels mais aussi l'état de saturation du matériau. Pourtant, le détachement des masses écaillées n'a pas été modélisé. Les mécanismes chimiques favorisant l'écaillage ne sont pas pris en compte dans ce modèle.

D'ailleurs, une bonne simulation de phénomènes complexes nécessite des données précises sur les conditions aux limites. Dans la plupart des cas, la prédiction des déformations du béton exposé au gel-dégel prend en compte les conditions de chargements appliquées dans les consignes, sans vérifier les valeurs de chargements réelles qui peuvent être différentes en raison de plusieurs facteurs. Une revue bibliographique des études dans lesquelles les mesures des déformations du béton ont été effectuées expérimentalement au cours des cycles de gel-dégel a été présentée dans [49]. Une grande dispersion dans l'ordre de grandeur des déformations mesurées a été remarquée, dépendamment des conditions de l'essai, dont les conditions thermiques imposées. En effet, dans le cas des essais de gel-dégel, les conditions de température appliquées comme consigne à l'intérieur de la chambre climatique ne sont pas vraiment les mêmes que celles mesurées dans les saumures surmontant les éprouvettes. De plus, ces températures mesurées dans les saumures des éprouvettes diffèrent selon la position de celle-ci dans l'enceinte, comme il a été montré dans la section précédente. La Figure 3-12 montre la température mesurée au cours d'un cycle de gel-dégel dans les solutions salines de cinq éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte. Dans les simulations numériques, nous avons imposé ces températures comme chargements thermiques afin de modéliser les déformations des éprouvettes de béton au cours des cycles qu'elles subissent dans réellement, selon la position de chacune dans l'enceinte.

Les simulations ont été effectuées à l'échelle macroscopique (échelle du béton) sur des VERs de dimensions 5×5 cm² avec des granulats de sable de 0/4 mm et des graviers de 4/16 mm. Etant donné que la solution saline à 3% NaCl est maintenue en surface des éprouvettes pendant l'essai, nous considérons que les VERs sont en état de saturation (S=99%) et que la concentration en sels est de 3% NaCl. Les simulations ont été réalisées sur des sections 2D représentant une couche à quelques millimètres de la surface d'essai.



Figure 3-12 : Enregistrements de températures dans les saumures des 8 éprouvettes considérées, avec le fuseau de tolérance.

Les propriétés de la matrice à l'échelle béton ont été calculées par homogénéisation des propriétés du mortier bi-phasique dans la section 6.1.4 du chapitre 2, celles-ci sont rapportées dans le Table 3-2.

Propriétés de la matrice (Pâte de ciment homogénéisée)	Inclusions de sable siliceuses (0/4 mm)	Propriétés de la matrice (Mortier homogénéisé)	Inclusions de graviers (4/20 mm)
E = 17.2 (GPa)	E= 78 (GPa)	E = 30 (GPa)	E = 85 (GPa)
v = 0.227	$\nu = 0.2$	v = 0,2	v = 0,2
$f_{tk} = 4$ (MPa)	$f_{tk} = 8$ (MPa)	$f_{tk} = 4$ (MPa)	$f_{tk} = 8$ (MPa)
$\rho = 1911 \ (kg.m^{-3})$	$\rho = 2600 \ (kg.m^{-3})$	$\rho = 2218 \text{ (kg. m}^{-3}\text{)}$	$\rho = 2800 \text{ (kg. m}^{-3}\text{)}$
$\lambda = 1.2 (W. m^{-1}. K^{-1})$	$\lambda = 3.75 (W. m^{-1}. K^{-1})$	$\lambda = 1.63 (W. m^{-1}. K^{-1})$	$\lambda = 3.5 (W. m^{-1}. K^{-1})$
$C_p = 1647,5 - 0,017 T - \frac{2445000}{T^2} (J.kg^{-1}.K^{-1})$	$C_p = 740 \ (J.kg^{-1}.K^{-1})$	$C_p = 880 \ (J.kg^{-1}.K^{-1})$	$C_p = 1000 (J.kg^{-1}. K^{-1})$
α_p calculé par l'équation (2-38)	$\alpha_p = 15 \mathrm{x} \ 10^{-6} \ (/\mathrm{K})$	α_p calculé par l'équation (2-38)	$\alpha_p = 10x \ 10^{-6} \ (/K)$

Table 3-2 : Propriétés des composants du mortier et du béton.

La Figure 3-13 montre les résultats de modélisation numérique des déformations macroscopiques totales des éprouvettes de béton exposées aux chargements thermiques de la Figure 3-12. Nous constatons une grande dispersion dans les courbes de déformations des VERs dépendamment du

chargement thermique appliqué. Cette dispersion se traduit au niveau des amplitudes des déformations atteintes aux températures minimales de chaque cycle, qu'on nomme ε_{gel} dans la suite, ainsi qu'au niveau des déformations qui apparaissent après la phase de dégel, nommées $\varepsilon_{dégel}$. Il s'avère que le béton exposé au gel-dégel est extrêmement sensible aux paramètres du cycle thermique.



Figure 3-13 : Déformations totales en fonction de température des VER soumis aux cycles de gel/dégel enregistrés.

Nous traçons dans les Figure 3-14, Figure 3-15 et Figure 3-16 les variations de ε_{gel} et $\varepsilon_{dégel}$ en fonction de la température minimale T_{min} et la température de nucléation T_{nuc} . D'après la Figure 3-14, ε_{gel} augmente de 2099 à 3573 µm/m avec la diminution de la température minimale du cycle imposé qui varie de -17,6 à -21,2°C. Ces écarts dans les amplitudes des déformations dépendamment de la température minimale du cycle thermique imposé pourraient être expliqués par l'équation de Gibbs-Thomson (2-13) reliant la température de congélation au rayon seuil des pores du gel. Avec une température de plus en plus basse, les pores de rayon de plus en plus fins gèlent, ce qui provoque des pressions qui augmentent et donc un endommagement du matériau de plus en plus important (se traduisant dans notre modèle par des déformations de grandes amplitudes).



Figure 3-14 : Variation de ε_{gel} en fonction de la température minimale T_{min} .

Figure 3-15 : Variation de $\varepsilon_{dégel}$ en fonction de la température minimale T_{min} .

Une étude qui a été réalisée dans [89] a montré l'effet néfaste de la température minimale, à l'aide du même modèle numérique. Les simulations ont été réalisées à l'échelle de la pâte de ciment en imposant les cycles [+5/-10], [+5/-20] et [+5/-30°C] chacun sur 24h. La pression hydraulique maximale a été atteinte à la température minimale avec une valeur de 62 MPa, 105 MPa et 123 MPa respectivement. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de [39]. Un modèle poromécanique a été aussi développé par Fabbri [40] dans lequel l'écaillage est décrit comme une dégradation du béton de type "fissuration interne localisée". La dégradation par écaillage augmente avec l'incapacité du réseau poreux gelé à relâcher la surpression locale développée au niveau de la surface de la peau causée par les contraintes thermiques, l'aspiration cryogénique et la différence de densité liquide-glace. Ceci a été montré considérable notamment dans le cas de bétons à faible perméabilité. En outre, d'après la Figure 3-15, $\varepsilon_{dégel}$ augmente avec l'abaissement de la température minimale de -17,6 à -21,2°C et varie entre 1775 et 2919 µm/m. Cette déformation est liée à l'endommagement du matériau exposé par les contraintes résiduelles dues aux effets des pressions expansives dans la porosité au cours de cycle de gel-dégel.

D'après la Figure 3-16, nous constatons qu'il existe une relation entre ε_{gel} et la température de nucléation T_{nuc}. Il a été discuté dans 4.2.2 que celle-ci est variable d'une éprouvette à l'autre. La température de nucléation variait entre -2 et -6°C dans le cas des éprouvettes considérées pour l'étude de cette section. L'abaissement de la température de nucléation a été accompagné d'une diminution de ε_{gel} à T_{min} (Figure 3-16). Dans le cas des éprouvettes (S1) et (S2) dont les cycles thermiques présentent la même température minimale et la même amplitude totale, ε_{gel} est légèrement



Figure 3-16 : Variation de ε_{gel} en fonction de la température de nucléation.

plus prononcée dans le cas de (S1) (3573 μ m/m) par rapport à celle de (S2) (3339 μ m/m), Figure 3-14. Ceci pourrait être expliqué par le fait que la nucléation de la glace et l'expansion associée commencent plutôt dans le cas de (S1) (pour (S1), T_{nuc} = -5,5°C or pour (S2), T_{nuc} = -6,13°C).

De plus, nous remarquons aussi que les amplitudes totales des cycles enregistrés dans les saumures des éprouvettes testées ont été variables dépendamment des positions de celles-ci dans l'enceinte. D'après les enregistrements de température considérés dans cette section, l'amplitude thermique minimale vaut 60% de l'amplitude maximale. Les amplitudes varient entre 43°C et 28°C pour des cycles de gel-dégel fluctuant entre [22,6/-21,2°C] et [10,5/-18°C] respectivement. Cependant, une grande amplitude du cycle thermique imposé engendre des dilatations thermiques plus importantes, ce qui augmente la déformation du matériau exposé.

L'endommagement a été étudié à l'échelle de la pâte de ciment étant donné que les pressions se développent dans les pores à cette échelle. Les cartes d'endommagement sont données en Annexe IV, section 3 pour chacun des VERs modélisés. L'endommagement est plus important dans le cas des éprouvettes (S1), (S2) et (S4).

La Figure 3-17 montre des surfaces d'éprouvettes dégradées au cours du même essai. Nous constatons une dispersion dans l'état de dégradation des surfaces des éprouvettes testées.



Figure 3-17: Surfaces dégradées des éprouvettes de béton (S1-S5) après 56 cycles de gel-dégel de [+20/-20°C].

En plus des effets des hétérogénéités du béton d'une éprouvette à une autre influençant le taux de dégradation de chacune, nous avons mis en évidence dans cette section la sensibilité du béton visà-vis des paramètres du cycle thermique tel que la température minimale, le point de nucléation et l'amplitude totale du cycle.

Par la suite, une uniformisation des conditions thermiques auxquelles les éprouvettes sont exposées au cours de l'essai est un paramètre primordial qui permettra d'assurer la fiabilité de l'essai.

4.4 Caractérisation de la dégradation des surfaces

Une caractérisation des surfaces d'essai dégradées suite aux 56 cycles de gel-dégel a été réalisée par des méthodes d'analyse d'image. Deux méthodes d'analyse ont été choisies : la cartographie 3D au microscope électronique afin de caractériser le profil 3D de la surface dégradée et la micro-tomographie aux rayons X afin de visualiser l'état de la porosité suite à la dégradation par les cycles de gel-dégel.

4.4.1 Cartographie 3D au microscope électronique

Des cartographies 3D ont été réalisées à l'aide du microscope électronique 3D présenté dans la section 4.1 du chapitre 2 sur des lamelles de 1 cm d'épaisseur découpées au milieu des surfaces d'essai dégradées par 56 cycles de gel-dégel. Le but était d'étudier la profondeur de dégradation des surfaces exposées. Les Figure 3-18 et Figure 3-19 montrent les profils 3D obtenus.



Figure 3-18 : Cartographie 3D d'une surface sciée après 56 cycles de gel-dégel.

Bien que, d'après les courbes des moyennes des masses écaillées cumulées, la surface sciée avait été plus résistante à l'écaillage que la face du fond de moule, les cartographies 3D ont montré que la profondeur de dégradation est importante dans les deux cas, pourtant la dégradation était plus localisée dans le cas de la surface sciée. En outre, nous avons observé qu'après la fin des cycles de gel-dégel, des zones sont restées intactes dans la surface d'essai ; ce qui montre que la composition de la surface du béton n'est pas homogène, même dans le cas d'une surface d'essai supposée être représentative (surface des éprouvettes d'écaillage de 15×15 cm²) et que la dégradation par écaillage dépend de la variabilité locale des propriétés de la surface exposée.



Figure 3-19 : Cartographie 3D d'une surface fond de moule après 56 cycles de gel-dégel.

Ces observations permettent de mettre en évidence la différence dans les comportements des deux types de surfaces d'essai (fond de moule et face sciée) lorsqu'elles ont été exposées aux cycles de gel-dégel. Les dégradations au niveau de la face fond de moule sont principalement liées aux écailles provenant de la pâte de ciment, cependant la détérioration de la face sciée est liée aux écailles de la matrice et le détachement des granulats, ce phénomène est souvent connu sous le nom de « agregate popout » et nécessite une attention dans l'analyse des résultats d'écaillage de cette surface d'essai.

4.4.2 Micro-tomographie à rayons X

Le système de la micro-tomographie à rayons X a été présenté dans la section 4.2 du chapitre 2. Une résolution de 8,77 µm a été utilisée pour un échantillon cubique de 1 cm de dimension (taille maximale pour cette résolution) prélevé perpendiculairement à la surface d'essai d'une éprouvette de béton dégradée par 56 cycles de gel-dégel. La microtopographie d'un échantillon sain est donnée par la Figure 3-20. La Figure 3-20-(b) visualise la matrice et la Figure 3-20-(c) visualise les pores de l'échantillon considéré.



Figure 3-20 : (a) image 3D d'un échantillon découpé de l'éprouvette saine, (b, d) section visualisant la matrice, (c) section 3D montrant l'espace poreux.

Suite à la dégradation du béton par 56 cycles de gel-dégel de [+20/-20°C] certaines fissures ont été visualisées loin de la surface exposée, cerclées en rouge dans les Figure 3-21–(c) et (d). Ces fissures ont été générées par le mouvement de l'eau à l'intérieur de la pâte au cours du gel induisant un développement de pression qui endommage le matériau.



Figure 3-21 : (a) image 3D d'un échantillon découpé de l'éprouvette dégradée, (b, d) section visualisant l'endommagement de la matrice, (c) section 3D montrant l'endommagement de l'espace poreux.

Après une exposition au gel-dégel, la porosité du béton devient connectée en raison de l'ouverture de nouveaux pores et de l'augmentation du volume de certains autres en raison de la cristallisation de la glace et des mouvements d'eau induits. En effet, il a été montré dans [127] que sous l'action

de cycles répétitifs de gel et de dégel, la proportion de pores de taille comprise entre 0,01 et 0,1 mm augmente alors que la proportion de micropores diminue.

4.5 Suivi des indicateurs de durabilité après 56 cycles de gel-dégel de +20/-20 °C

Dans le but de suivre l'évolution des indicateurs de perméabilité après exposition à 56 cycles de gel-dégel, des carottages ont été effectués dans les éprouvettes dégradées de dimensions $15 \times 15 \times 7$ cm³ perpendiculairement aux surfaces d'essai, comme le montre la Figure 3-22. Dix millimètres ont été prélevés de part et d'autre des éprouvettes carottées de façon à avoir des cylindres de diamètre 11 cm et d'épaisseur 5 cm convenables à l'essai de diffusion des ions chlorures. Les carottes ont été plongées dans l'eau jusqu'au début des essais.



Figure 3-22 : Photos montrant les carottages dans les éprouvettes testées au gel-dégel.

4.5.1 Porosité à l'eau

La mesure des valeurs de la porosité à l'eau sur trois corps carottés dans des éprouvettes dégradées par 56 cycles de [+20/-20 °C] a montré que la dégradation du béton par 56 cycles de gel-dégel est accompagné d'une augmentation de la porosité accessible à l'eau de 14,08% à 14,30%. L'augmentation de la porosité est d'environ 1,6% par rapport à valeur moyenne initiale mesurée sur trois éprouvettes saines.

4.5.2 Perméabilité à l'azote

Des essais de perméabilité à l'azote ont été aussi réalisés sur des éprouvettes carottées. Une pression d'entrée absolue de 0,2 MPa a été appliquée. Le dispositif de mesure est celui de CEMBUREAU décrit dans la section 2.2.2.2 du chapitre 2. L'acquisition a été automatique, elle se faisait lorsque les courbes du débit de sortie et de pression ont été stabilisées. La Figure 3-23

montre les valeurs de perméabilité apparente des corps d'épreuves carottées, après 60 jours de séchage à 105 °C. La courbe donnant les valeurs de perméabilité à 7, 28 et 60 jours de séchage pour une éprouvette saine est également présentée dans la Figure 3-23. La perméabilité apparente a augmenté de $128 \times 10^{-18} m^2$ en passant à des valeurs très élevées qui dépassent $1000 \times 10^{-18} m^2$. Les valeurs obtenues sont très dispersées du fait du niveau de dégradation variable d'une éprouvette à l'autre suite aux 56 cycles de gel-dégel de [+20/-20 °C].



Figure 3-23 : Graphes donnant les valeurs des perméabilités apparentes de 6 éprouvettes carottées, après 60 jours de séchage ainsi que la perméabilité apparente moyenne de 3 éprouvettes saines à plusieurs échéances de séchage.

La durabilité du matériau est pénalisée suite à son exposition à 56 cycles de [+20/-20°C], son aptitude à se laisser traverser par des agents agressifs augmente. Ceci est lié à une connectivité des gros pores. L'écaillage est ainsi accompagné d'une dégradation interne dans la masse du matériau. Pourtant, les valeurs de perméabilité apparente obtenue semblent extrêmement élevées et dispersées ce qui met en évidence la sévérité des essais d'écaillage réalisés en imposant le cycle de [+20/-20 °C].

4.5.3 Diffusion des ions chlorures

Nous rappelons que pour les éprouvettes saines, le coefficient de diffusion des ions chlorures était de $D_{app} = 2,3 \times 10^{-12} \text{m}^2 \text{/s}$ pour une durée d'essai $\Delta t = 7$ jours et $X_d(\text{moy}) = 28,6 \text{ mm}$ (section 2.2.2.2.3 du chapitre 2).

Dans le cas des éprouvettes carottées, après 24 h d'essai de migration des ions chlorures, nous avons observé un front de Cl⁻ d'épaisseur 3,57 cm et 3,98 cm pour les deux éprouvettes testées (Figure 3-24). Un coefficient de diffusion apparent de $15,9 \times 10^{-12} \text{m}^2$ /s et $19 \times 10^{-12} \text{m}^2$ /s respectivement a été calculé pour ces profondeurs, après 24 h d'essai sous une différence de potentiel de 30 V.





Figure 3-24 : A gauche, éprouvette fendue après 24 h d'essai $D_{app} = 15.9 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s} - X_d(\text{moy}) = 3.57 \text{ cm}$ (provenant d'une éprouvette à surface sciée). A droite, éprouvette fendue après 24 h d'essai $D_{app}(\text{moy}) = 19 \times 10^{-12} \text{m}^2/\text{s} - X_d(\text{moy}) = 3.98 \text{ cm}$ (provenant d'une éprouvette à face fond moule).

L'augmentation de la profondeur de pénétration des ions chlorures associées à des coefficients de diffusion apparents élevés révèlent d'un niveau de dégradation important suite à l'exposition du béton à 56 cycles de [+20/-20°C]. La profondeur de pénétration d'ions chlorures dans les éprouvettes dégradées d'environ 4 cm correspond à l'épaisseur du béton d'enrobage dans le cas du béton armé. Pourtant, une étude réalisée en Finlande [128] (qui compte parmi les pays nordiques à climats réputés sévères) sur les effets des interactions du gel-dégel en présence des sels de déverglaçage sur des bétons exposés sur site au bord d'une autoroute, a montré que la profondeur de pénétration des ions chlorures était inférieure à 1 cm après une année d'exposition et ceci pour toutes les formulations de béton testées. La valeur de 4 cm obtenue après 56 cycles de [+20/-20°C] met en évidence la sévérité des conditions des essais d'écaillage appliqués aux laboratoires. Cette valeur indique que l'écaillage est également associé à une dégradation interne dans la masse du béton qui facilite la pénétration profonde des ions chlorures.

5 **Bilan**

Les résultats d'écaillage des deux laboratoires ont montré que la face fond de moule est moins résistante aux cycles de gel-dégel. Ceci a été lié à la composition de cette face (contenu de pâte de ciment et porosité locale). Ainsi, le choix de la face fond de moule devrait être revu dans la norme Française en vue de son hétérogénéité et la dispersion des résultats obtenus. Concernant l'effet de l'intégration d'une période de carbonatation dans la période de cure, nous n'avons pas identifié un effet (positif ou négatif) de l'intégration de cette phase sur la résistance du béton à l'écaillage, en vue de la dispersion des résultats obtenus dans les deux laboratoires. Ceci a été lié d'une part à la courte phase de carbonatation appliquée mais aussi à la grande dispersion des conditions thermiques au cours de l'essai. Les mesures de température dans les saumures associées à chacune des éprouvettes placées aux différentes positions de l'enceinte climatique montrent que l'intégralité du fuseau de température autorisé dans le Slab Test est en fait balayée. Au-delà du caractère apparemment satisfaisant vis-à-vis des spécifications d'essai, cette dispersion implique que pour une même échéance donnée, deux échantillons peuvent subir jusqu'à 10°C d'écart de température. L'application de l'approche micromécanique développée a montré que les niveaux de déformations maximales et résiduelles sont dispersés et dépendent des paramètres du cycle de geldégel auquel le béton a été exposé. La pertinence technique du cycle thermique conventionnel de [+20/-20°C] imposé dans les essais normatifs a été ainsi remise en question. Finalement, les analyses d'images des surfaces dégradées et la caractérisation des indicateurs de durabilité après exposition aux 56 cycles de [+20/-20 °C] ont permis de mettre en évidence la sévérité des conditions des essais normatifs d'écaillage actuels dont la représentativité vis-à-vis des conditions réelles de gel-dégel pourrait être également questionnée.

Chapitre 4 : Caractérisation du comportement du béton en conditions d'exposition réelles

Les considérations citées dans le bilan du Chapitre 3 nous ont conduit à entreprendre des campagnes expérimentales afin de vérifier **la représentativité du cycle thermique de [+20/-20°C] vis-à-vis des conditions réelles de gel-dégel**. Les campagnes réalisées consistent à caractériser le comportement du béton exposé dans un environnement de gel sévère, cet environnement étant luimême entièrement caractérisé par un ensemble de paramètres météorologiques pertinents mesurés sur le terrain. Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de mesures de la température en surface de bloc de béton et de la température de la masse d'air dans une station météorologique complète située dans un environnement de gel sévère. Les observations effectuées dans cette campagne ont été étendues par une étude des conditions de gel-dégel dans différentes régions à climat modéré ou sévère.

1 Expérimentation sur le terrain à la station météorologique du Mont Aigoual

1.1 Justification du choix du site étudié et sa représentativité

La station météorologique du Mont Aigoual (44° 07' 15" N / 3° 34' 53" E), située à la limite sud des Cévennes, dans le sud de la France, a été choisie pour le programme expérimental pour plusieurs raisons :

- il s'agit d'une station météorologique complète dédiée aux observations, aux mesures et aux expériences (Figure 4-1),
- ii. il s'agit d'un centre d'essai officiel de Météo-France qui garantit des données de mesures certifiées avec une présence humaine de techniciens qui peuvent assurer la maintenance des blocs de béton, par exemple le dégivrage, ainsi que la maintenance des capteurs,
- iii. cette station est située dans une zone de gel sévère (Figure 4-2) à 1 567 m d'altitude, ce qui était une condition préalable à nos essais. Une caractérisation du climat du Mont Aigoual a été

présentée dans [55] et a montré qu'il est représentatif d'un climat de montagne qui peut être rencontré dans les Alpes françaises, ainsi que dans la plupart des pays nordiques.



Figure 4-1 : Observatoire du Mont Aigoual recouvert par la neige.



Figure 4-2 : Position du Mont Aigoual sur la carte de classification de la norme EN 206-1.

1.2 Moyens techniques

1.2.1 Capteurs et enregistrements

Le centre d'essais météorologiques est équipé d'une plateforme d'essais adéquate pour déposer les blocs de béton et équipée de différents types de capteurs (Figure 4-3) :

- Température de la masse d'air (ou température sous-abri) (°C) : sonde Pt100. Comme il est situé dans un cabinet Stevenson avec double étagère en orientation opposée, ce capteur fournit la température de la masse d'air sans influence du vent et du rayonnement solaire. Cette température est le paramètre de référence dans les études météorologiques.
- Humidité relative (HR, %) : Sonde capacitive Vaisala type HMP110 avec une plage de fonctionnement de 0 à 100% HR, de -40°C à 80°C, avec des données de précision de ±4% dans la plage de température de -40 à 0°C et ±2.5% dans la plage de de 0°C à +40°C. Elle est également placée dans le cabinet Stevenson.
- Rayonnement solaire (W/m²) : pyranomètre CMP6 de Kipp&Zonen. Il donne la somme du rayonnement direct et du rayonnement diffus.

La direction et l'intensité du vent (m/s) : sont enregistrées par des capteurs ultrasoniques
 THIES de type chauffant.



Figure 4-3: De gauche à droite Boîtier Stevenson à double étagère en orientation opposée, anémomètre ultrasonique, pyranomètre CMP6 de Kipp&Zonen pour mesure du rayonnement solaire (direct et diffus).

1.2.2 Blocs de béton

Deux blocs de béton ont été coulés dans des moules en contreplaqué marin de dimensions : longueur L = 60 cm, hauteur h= 46 cm et épaisseur e = 17 cm. Chaque bloc est équipé de 5 thermocouples, 4 situés à 2 cm sous les faces verticales et 1 situé au centre comme le montre le croquis de la Figure 4-4. Nous présentons dans ce document les résultats mesurés sur un seul bloc parmi les deux blocs de béton nommé XF4.



Figure 4-4 : Dessin schématique du bloc de béton et du positionnement des thermocouples.



Figure 4-5 : Photos montrant les blocs de béton équipés de thermocouples.

Pour l'étude de la température intrinsèque du béton (sans application de sels de déverglaçage), les blocs ont été placés debout (la hauteur étant verticale et la longueur étant horizontale), les faces principales orientées Nord-Sud comme le montre la Figure 4-5, sans aucune isolation thermique, ce qui signifie que l'attaque du gel s'est faite par toutes les faces des blocs. Cette configuration a été choisie pour mesurer d'abord la réponse intrinsèque du béton à l'environnement de gel et non pour simuler le comportement d'un échantillon configuré selon la norme CEN/TS12390-9. Cette dernière configuration fera l'objet d'une autre section dans ce chapitre (section 4).

2 Modélisation numérique du comportement thermique du béton exposé aux conditions climatiques du Mont Aigoual

Afin de comprendre le comportement thermique du béton et vérifier sa dépendance des différents paramètres météorologiques d'exposition, une modélisation numérique de sa réponse thermique lorsqu'il exposé aux conditions du Mont Aigoual a été formulée. L'idée de base est de calculer la température du béton en injectant dans un modèle thermique du béton les conditions météorologiques réelles, à savoir les fluctuations périodiques de la température de la masse d'air et du flux solaire. Ainsi, si les températures calculées par le modèle sont proches ou identiques à celles mesurées, nous aurons ainsi une double validation : celles de nos mesures expérimentales et celle du modèle. Ceci a été fait à l'aide de l'outil numérique présenté dans la section 6.2 du chapitre 2.

Les conditions aux limites appliquées sur un bloc de béton exposé sont les suivantes :

- Échange convectif avec l'air en dehors de la couche limite, c'est-à-dire en dehors de la zone
 où la température de l'air est influencée par les échanges convectifs avec le matériau.
- Le flux solaire qui s'applique comme un flux thermique variable dans le temps sur les faces du corps, celui-ci est réduit à la face sud.
- Le rayonnement thermique qui correspond à un échange thermique entre le béton et un environnement situé à l'infini.

La Table 4-1 donne les valeurs des propriétés thermiques utilisées dans le modèle.

Matériau	$\lambda (W.K^{-1}.m^{-1})$	C (kJ/kg/°C)	ρ (kg/m³)
Béton	1,5 (1,5-3,5)	0,84 (0,84-1,17)	2200 (2200-2400)

Table 4-1: Propriétés thermiques du bloc de béton modélisé.

Les valeurs entre parenthèses sont une fourchette des propriétés thermiques des bétons courants. Ces propriétés ont été utilisées dans de nombreux travaux de recherche tels que ceux de Morabito [129] et Quin et Hiller [109]. En l'absence de mesures de ces propriétés thermiques, l'approximation des valeurs utilisées dans le code a été basée sur la conception du mélange : puisque le bloc considéré pour la modélisation était à base de béton à air entraîné, il devrait donc avoir une conductivité thermique inférieure à celle d'un béton sans air entraîné. Etant donné que le béton n'était pas jeune, une absorptivité γ_{abs} de 0,8 a été considérée ; cette valeur a été aussi utilisée dans [109].

3 Réponse thermique intrinsèque du béton

3.1 Analyse des séries temporelles enregistrées

La Figure 4-6 donne un extrait des fluctuations des paramètres mesurés en fonction du temps au cours du mois de Mars 2013. Les séries temporelles des températures de surface (nord et sud) du bloc XF4 ainsi que celles de la température de la masse d'air (°C) et le flux solaire (W/m²), brute et moyenne mobile (axe Y' en W/m²) sont reportées dans la Figure 4-6 extraite de [55]. L'axe Y est normalisé au cycle thermique du CEN/TS 12390-9

Précisons que T_x représente la borne de température maximale du fuseau et T_n la borne de la température minimale.

À l'échelle temporelle de la figure, nous pouvons faire plusieurs observations :

- i. La forte asymétrie des courbes de température semble ne pas être compatible avec le profil de température très régulier et symétrique imposé dans les différentes méthodes d'essai d'évaluation de la résistance du béton à l'écaillage. Cependant, cette forte asymétrie est cohérente avec les mesures de température des roches à quelques centimètres de profondeur comme rapportées dans [130]–[133].
- ii. Pendant la période diurne, l'ensoleillement direct est responsable de l'augmentation de la température du béton par rapport à la température de la masse d'air et de la périodicité (alternance) jour/nuit. Lorsque la radiance solaire est fortement réduite par l'effet d'ombre dû à une couverture nuageuse, sa valeur peut être abaissée de 1110 W/m² (valeur maximale) à moins de 200 W/m², pour finalement tomber à zéro pendant la nuit. Dans de telles conditions, les températures du béton sont clairement réduites (superposées) à la courbe d'appui, correspondant à la température de la masse d'air. Cette situation est particulièrement visible sur la Figure 4-6, du 7 au 16 mars.



Figure 4-6: Séries temporelles de la température interne du béton en bleu, de la température de l'écran en rouge (axe Y) et de la radiance solaire en orange avec moyenne mobile en brun (axe Y') en référence au cycle thermique du CEN/TS 12390-9 (T_x en rouge, T_n en bleu), Mont Aigoual, mars 2013 [55].

3.2 Résultats de la modélisation numérique

La Figure 4-7 montre les résultats des simulations numériques comparés aux mesures expérimentales à 2 cm en profondeur de la face sud du bloc de béton XF4 du 16 février au 2 mars 2015. Un autre calcul du 6 au 13 mars 2013 a été réalisé et présenté dans l'article [55] joint en Annexe V. Une bonne corrélation a été trouvée entre les résultats numériques et les mesures expérimentales. Les coefficients de corrélation entre les températures calculées et mesurées ont été calculés pour les deux périodes et sont de 0,98 et 0,91 pour mars 2013 et février 2015 respectivement (section 1 de l'Annexe VI).

Pourtant, nous remarquons que les résultats de simulations numériques ne coïncident pas avec les mesures expérimentales dans certaines périodes spécifiques quadrillées (Figure 4-7). En effet, la réponse thermique du béton exposé aux conditions climatiques réelles est complexe. Les données de la station météorologique indiquent que pour cette période, la visibilité était élevée, les vitesses du vent étaient également inférieures à 3 m/s, (Figure 4-8), ce qui relie ces phénomènes au processus de rayonnement nocturne [113], [134]. Par temps clair et en cas de faible vitesse du vent, la baisse de la température du béton est due à un refroidissement de sa surface.



Figure 4-7: Mesures de la température du béton par rapport aux résultats numériques du 16 février au 2 mars 2015 à 2 cm de la face sud du bloc.

Le béton transmet sa température fraîche à l'air situé juste au-dessus en période de rayonnement nocturne, cette baisse de température pourrait être sensible (le béton peut être beaucoup plus froid la nuit que l'air qui le surmonte, on peut trouver une surface de béton avec une température inférieure à 0°C même si l'air qui la surmonte de 1 m est à 1, 2 ou 4°C.) Ainsi, l'humidité (rosée) qui se dépose en surface gèle et la gelée blanche pourrait apparaître même si la température à 1 m au-dessus du béton est positive. L'effet du rayonnement nocturne a été détecté et intégré dans le code en amplifiant l'effet du flux de rayonnement thermique à grandes longueurs d'ondes φ_{irr} pendant les périodes considérées. Sans données météorologiques concernant la couverture nuageuse affectant le processus de rayonnement nocturne, la corrélation ci-dessous a été utilisée [106], [111], [112]:

$$T_{sky} = T_a - c \tag{4-1}$$

Où c est une constante allant de 0 à 20. Cette corrélation a été utilisée dans [111] avec c = 6 K.



Figure 4-8: Evolution de la visibilité et de la vitesse du vent au Mont Aigoual du 16 février au 02 mars 2015.

Les résultats sont présentés dans la Figure 4-9. Les valeurs numériques de température (T_{num} avec effet du rayonnement nocturne) se sont rapprochées des mesures expérimentales (T_{exp}) dans les périodes de rayonnement nocturne considérées.



Figure 4-9: Comparaison des résultats numériques aux mesures expérimentales après la prise en compte du rayonnement nocturne-février 2015.

Toutefois, cette étude reste limitée car le modèle développé ne prend pas en compte la modification des propriétés thermiques de la surface du béton suite à la formation de gelée blanche associée au rayonnement nocturne.

3.3 Analyse des cycles de gel-dégel

L'analyse statistique a été réalisée sur une période de trois saisons hivernales (octobre à mars) de 2013 à 2015. Cela correspond à 54 séries temporelles de 10 jours chacune, pour lesquelles le nombre de cycles thermiques de gel-dégel a été déterminé. Le résultat de cette analyse est cohérent avec plusieurs autres mesures sur site [130] [135] [131] [90] [141] [136] et pourrait être résumé en définissant trois types de cycles thermiques se produisant dans l'environnement hivernal comme le montre la Figure 4-10: i) « cycles de dégel » avec une amplitude thermique de 15°C [+15°C/0°C], ii) « cycles de gel-dégel » avec une amplitude thermique de 15°C [+5°C/-5°C] ou plus rarement [+2°C/-8°C], ce qui est conforme avec [75] et iii) « cycles de gel » avec une amplitude thermique de 7,5°C [0°C / -7,5°C].



Figure 4-10: Définition des types de cycle thermique [55].

Le nombre de cycles de gel-dégel a été d'environ 5 par mois, ce qui est très faible par rapport aux 30/31 cycles par mois délivrés par les méthodes d'essai en laboratoire. Sur cette base, ces résultats suggèrent que les conditions de laboratoire correspondent à un taux d'accélération d'un facteur 6. Pourtant, ceci reste normal étant donné qu'il s'agit d'essai accéléré. En termes de taux de refroidissement et de gel, l'analyse a conduit à un taux de refroidissement de 0,9°C/h et à un taux de gel de 0,7°C/h. Les cycles de gel-dégel les plus fréquents fluctuaient entre +5°C et -5°C et les cycles de gel entre 0°C (ou -2°C) et -10°C ou -3°C et -15°C. En supposant un taux de refroidissement/gel homogène, le taux de gel moyen obtenu est de 0,8°C/h, bien inférieur au taux de gel de l'essai du slab test comme méthode de référence dans le CEN/TS (1,9°C/h), un peu plus

proche du taux de gel du cube test allemand (1,5°C/h) et sans comparaison avec l'essai CDF (10°C/h).

En guise de conclusion préliminaire, les cycles de gel-dégel avec une amplitude totale de 40°C et un taux de gel supérieur à 1,5°C/h semblent être très rares, voire inexistants, dans des conditions météorologiques aussi courantes. Sur la base des considérations ci-dessus et tant que le taux de gel est considéré comme un paramètre critique régissant l'intensité de l'écaillage [16], [58], [59], la représentativité des conditions thermiques imposées dans les méthodes d'essai est donc discutable.

4 Etude de la représentativité du cycle de gel-dégel normatif vis-àvis des conditions climatiques réelles du Mont Aigoual

La présente section traite la température de surface du béton dans un environnement de gel sévère avec les mêmes blocs de béton présentés dans les sections précédentes, mais configurés cette foisci de la même manière que les échantillons des essais de laboratoire. Nous avons traité les mesures au niveau du bloc de béton XF4 pour la saison hivernale 2019-2020. L'isolation thermique a été mise en place, laissant seulement une surface exposée aux conditions météorologiques, y compris le gel. Cette configuration a été choisie pour obtenir des données pertinentes de température, non pas à proximité de la surface, mais au niveau de la surface testée dans une configuration naturelle réelle. La face Sud initiale a été choisie horizontale et son thermocouple, initialement à 2 cm de profondeur, a été déplacé en surface au moyen d'un trait de scie, suffisamment large pour être rempli par le thermocouple et scellé avec un mortier à sable fin (0/2mm) dérivé du mélange initial. Le bloc a été finalement équipé de 5 thermocouples, 3 placés à 2 cm de profondeur des surfaces latérales et nord, un au centre du bloc et un thermocouple situé à 2 mm sous la surface exposée du béton. Nous nous intéressons dans la suite à la température donnée par ce dernier thermocouple uniquement. Ensuite, le bloc a été isolé thermiquement de la même manière que celle décrite dans le CEN/TS 12390-9 (ou même XP P18-420). Toutes ces opérations et les résultats obtenus sont présentés dans les Figure 4-11.



Figure 4-11 : Schéma montrant l'opération de basculement du bloc (nouvelle configuration) et du thermocouple de surface.

En plus des blocs de suivi de température, 8 éprouvettes (dont quatre sont à surface sciée et quatre à face fond du moule) provenant de la formulation du béton de référence (Table 2-1) dont la cure a été réalisée à 65% HR et 20°C (Figure 2-5) ont été montées comme le montre la Figure 4-12, depuis le mois de novembre 2019. Les éprouvettes d'écaillage ainsi que les blocs de suivi de température ont été toutes configurées conformément au Slab Test. Les blocs de béton et les éprouvettes d'écaillage ont été dégivrés régulièrement et les masses écaillées ont été collectées tous les 7 jours pendant la période hivernale 2019-2020, par un technicien présent dans la station du Mont Aigoual. Une couche de 3 mm d'épaisseur d'une solution saline à 3% a été renouvelée en surface de chaque bloc/éprouvette tous les 7 jours. La limite supérieure du joint d'étanchéité surmonte la surface du béton de 3 mm, ainsi le volume de la solution saline a été assuré en se référant à la hauteur du joint. Les éprouvettes et les blocs ont été contrôlés par le technicien sur place, au cas où ils se seraient trouvés :

- sans gel, le volume de la solution saline en surface a été complété,
- avec gel, une couche d'épaisseur de 3 mm de saumure a été versée en surface,
- en cas de présence de neige, la surface a été déneigée et ensuite la solution saline a été appliquée.

Par conséquent, les conditions de saturation des éprouvettes exposées au Mont Aigoual étaient similaires à celles des éprouvettes testées au laboratoire conformément au Slab Test.



Figure 4-12 : Photos des éprouvettes de béton du suivi d'écaillage et des blocs de suivi de température.

Les cycles de gel-dégel réels ont été comptés à partir des enregistrements de température en surface du bloc XF4. Les éprouvettes ont été fixées par des écrous et des rondelles sur la plateforme pour éviter leur déplacement sous l'effet du vent fort.

4.1 Evolutions des cycles de gel-dégel mesurés au Mont Aigoual

Au cours de la période hivernal 2019-2020, 33 cycles de gel-dégel ont été enregistrés en surface du bloc XF4. Ces cycles varient principalement entre +5 et -5 °C, sachant qu'un cycle de gel-dégel a été considéré comme une fluctuation de température autour de 0°C, fixant une température quotidienne minimale égale ou inférieure à -1°C et une température maximale égale ou supérieure à 1°C (ces limites ont été fixées afin de faciliter le comptage manuel des cycles qui ont lieu au cours de l'hiver 2019-2020). Les évolutions de la température en surface du bloc XF4 ainsi que celles de la température de la masse d'air sont données dans la section 2 de l'Annexe VI. Même si ces cycles de gel-dégel ne sont pas susceptibles de générer des dégradations importantes du béton exposé, puisque la température de -5°C n'est pas suffisamment basse pour initier la formation de la glace dans les pores du béton en présence du sel, cette étude met en évidence le fait que l'amplitude de 40°C appliquée au cours des essais de laboratoire est très écartée des conditions réelles de gel-dégel. Les fuseaux des essais Français et du Slab Test sont aussi placés sur les quatre graphiques afin de montrer l'écart entre les conditions du laboratoire et les conditions réelles d'exposition. En décembre 2019, 5 cycles de gel-dégel sont comptés, 6 en janvier, 10 cycles en février et 12 cycles en mars de l'année 2020 dont quelques-uns s'effectuent sur une période inférieure à 24h. Des périodes de gel ont été également identifiées où la température descend endessous de zéro et demeure négative sur plusieurs jours, tel qu'il est le cas du 17 au 20 janvier 2020 (section 2 de l'Annexe VI).

4.2 Evaluation des taux d'écaillage

Les courbes des moyennes des pertes cumulées d'écaillage en fonction des cycles de gel-dégel des éprouvettes (à face fond de moule (FM) et à surface sciée (SS)) exposées au Mont Aigoual sont données dans la Figure 4-13. Ces résultats ont été publiés dans [137], joint en Annexe VII.



Figure 4-13 : Moyennes des pertes cumulées sur 4 éprouvettes à face fond de moule et 4 à face sciée exposées aux conditions météorologiques réelles du Mont Aigoual.

D'une part, nous remarquons que bien que les cycles de gel-dégel enregistrés au Mont Aigoual fluctuent entre +5 et -5°C, des écailles ont été détachées en surface des éprouvettes de béton exposées après une seule saison hivernale. Ceci met en évidence l'existence d'un mécanisme de dégradation du béton en présence de sels de déverglaçage qui n'est pas lié forcément à la formation de la glace et son expansion dans les pores. Une température de -5°C n'est pas considérée comme une température suffisamment basse pour geler la solution saline en surface, sachant qu'en présence d'une solution à 3% NaCl, le point de nucléation est de l'ordre de -2°C [4], [89], [126], [7]. Ainsi, le gel de la solution saline à 3% NaCl versée en surface des éprouvettes ne peut pas débuter avant -2°C. La dissolution de la Portlandite Ca(OH)₂ à basse température favorisée en présence des sels tel que le NaCl [24], [22] a été considérée comme mécanisme chimique favorisant la dégradation du béton par le gel-dégel [3]. Ainsi, la Portlandite dissoute réagit avec le chlore (Cl⁻) issu de la dissociation du NaCl pour former du chlorure de calcium CaCl₂ qui réagit avec le C₃A du clinker. Cette réaction mène à la formation de sels de Friedel (3CaO. Al₂O₃. CaCl₂. 10 H₂O) et

de l'ettringite $(Ca_6, Al_2(SO_4)_3, (OH)_{12}, 26H_2O)$ qui se cristallisent au niveau de la surface exposée aux sels, développant ainsi des pressions de cristallisation favorisant l'écaillage [29], [30]. D'autre part, en comparant les taux d'écaillage obtenus dans les essais de laboratoire et ceux obtenus dans le cas des éprouvettes exposées au Mont Aigoual, nous remarquons que les taux d'écaillage sont beaucoup plus importants aux laboratoires. Notons que les éprouvettes testées au laboratoire et celles exposées au Mont Aigoual ont été confectionnées et conservées ensemble, elles avaient le même âge le jour du début d'exposition aux conditions thermiques. De plus, nous rappelons que dans les deux cas, la solution saline a été renouvelée tous les 7 jours en surface des éprouvettes. Dans le cas des éprouvettes exposées au Mont Aigoual ou même celles du laboratoire, la face fond de moule est considérablement moins résistante à l'écaillage que la surface sciée. L'écart dans les taux d'écaillage des éprouvettes exposées au Mont Aigoual et celles testées aux laboratoires est lié en premier lieu à l'effet de la température minimale. Les cycles imposés aux laboratoires fluctuent entre +20 et -20 °C, favorisant ainsi le gel des plus petits pores (de l'ordre du nanomètre), cependant au Mont Aigoual, les cycles fluctuent entre +5 et -5°C. Selon l'équation (2-13) de Gibbs-Thomson, à -5°C les pores qui gèlent sont de rayon de l'ordre de 14 nm. Plus la température baisse, les cristaux de glace se développent dans les pores les plus en plus fins : à -20°C, le rayon des pores gelés est de l'ordre de 4 nm, environ 4 fois plus fins que les pores qui gèlent à -5° C. Par conséquence, le gel des pores les plus fins près de la surface exposée favorise la dégradation suite aux pressions expansives développées agissant sur les parois des pores. L'effet de la température minimale sur la dégradation des pâtes de ciment saturées exposées au gel-dégel a été modélisé dans [89], [48].

Bien que ceci ne correspond pas aux modèles existants concernant l'écaillage, dont le glue-spalling (section 1.2.2, chapitre 1), cette explication est en accord avec celle de Fabbri et al. [40] qui ont montré que l'écaillage se produit en raison de la localisation de la pression des pores près de la surface exposée. Aux mécanismes de pressions induites s'ajoute l'effet des contraintes thermiques développées entre la solution saline et la surface du béton (décrites par le modèle du glue-spalling [19][5]). Les contraintes surfaciques développées augmentent avec le gradient thermique imposé (qui est plus grand dans le cas du [+20/-20°C]), sachant que la couche de saumure a été présente dans le cas des éprouvettes du Mont Aigoual aussi dans le cas des éprouvettes testées au laboratoire. Il a été remarquable que la prédiction de la dégradation en se basant sur les caractéristiques de conception du mélange reste peu fiable et semble être déconnectée de la performance sur site,

notamment dans le cas d'une formulation de béton moyennement résistante. En outre, l'effet des conditions thermiques a été négligé dans l'ensemble des études antérieures menées dans le but de comparer le comportement du béton sur site à celui évalué au laboratoire (section 3.3.2 du chapitre 1). De plus, l'interprétation des résultats des essais reste difficile en vue du manque de répétabilité/reproductibilité remarqué.

La Figure 4-14 illustre les états des surfaces du bloc de béton (XF4) exposé au Mont Aigoual depuis 2013 ainsi que ceux des éprouvettes d'écaillage à surface sciée et à face fond de moule suite à deux saisons hivernales (2019-2020 et 2020-2021). Les dégradations existent mêmes pour des cycles de gel-dégel fluctuant entre +5 et -5°C comme évoqué ci-dessus, pourtant elles sont faibles relativement à celles des surfaces des éprouvettes dégradées par les cycles du laboratoire dont quelques-unes ont été présentées dans la Figure 3-17.



Figure 4-14 : Photos montrant l'évolution de l'état des surfaces des éprouvettes exposées au Mont Aigoual de 2019 à 2021.

5 Etendue des observations de la campagne du Mont Aigoual

5.1 Relation entre la température en surface du béton et la température de la masse d'air

D'après l'étude des conditions climatiques réalisée au Mont Aigoual au cours de la saison hivernale 2019-2020 (section 4.1), nous avons obtenu que la différence entre les valeurs maximales journalières des températures de surface du béton (T_x surface) et celle de la masse d'air (T_x masse d'air) est de 3 à 4°C (lorsque le rayonnement solaire est inférieur à 200 W/m²) et dans une fourchette de 10 à 14°C lorsque le rayonnement solaire est plus intense au cours des périodes plus ensoleillées, tel qu'il est le cas à la fin du mois de mars.

Pour chaque mois de la saison hivernale 2019-2020, la moyenne ΔT des différences entre les valeurs maximales diurnes de la température en surface du béton et la température de la masse d'air est donnée dans la Table 4-2.

Nous remarquons que l'effet du rayonnement solaire est faible ($\Delta T < 3^{\circ}C$) en début et pleine saison hivernale, cependant il est plus important en sortie d'hiver, en mois de Mars. La valeur moyenne de ΔT obtenue pour la saison hivernale 2019-2020 est de 3,2 °C. Par conséquent, la température maximale du cycle de geldégel survenant en surface du peut être estimée à partir des enregistrements de température de la masse d'air enregistrée, sachant que l'effet du rayonnement solaire ne devient important qu'en fin d'hiver.

Hiver 2019-2020	Moyenne ΔT (°C)
Décembre	1,4
Janvier	0,98
Février	2,7
Mars	7,6

Table 4-2 : Table donnant les moyennes ΔT menstruelles pour l'hiver 2019-2020.

Quant à la température minimale du cycle, nous avons constaté d'après les enregistrements de température (section 2 de l'Annexe VI), qu'à part les périodes de rayonnement nocturne éventuelles, les températures minimales de la surface du béton et de la masse d'air se superposent. Ceci a été aussi confirmé par les résultats de simulations numériques à l'aide du modèle thermique (présenté dans la section 6.2, chapitre 2). Pour calculer correctement la température numérique en surface du bloc de béton, il a suffi d'imposer la température de la masse d'air ainsi que le flux de

rayonnement solaire. Les courbes des résultats de simulations numériques de la température en surface du bloc obtenues en sortie du modèle avec celles mesurées expérimentalement sur site, ainsi que les évolutions de la température de la masse d'air et du rayonnement solaire sont données par les Figure 4-15 et Figure 4-16.

Nous remarquons d'après les Figure 4-15 et Figure 4-16 que la température minimale en surface du béton (donnée par les mesures expérimentales ou les simulations numériques) est globalement portée par la courbe de température minimale de la masse d'air, les sommets minimaux se superposent. Pourtant, la température du béton en journée montre des fluctuations plus importantes, dépendamment de l'effet du rayonnement solaire (surtout lorsque son intensité est supérieure à 200 W/m²). Nous rappelons que la température de la masse d'air (sous abri) est mesurée par une sonde protégée des effets du soleil, du vent et de l'humidité.



Figure 4-15 : Comparaison de la température en surface du bloc XF4 (résultats de simulations numériques et mesures expérimentales) à la température de la masse d'air et mise en évidence de l'effet du rayonnement solaire au cours du mois de février 2020.



Figure 4-16 : Comparaison de la température en surface du bloc XF4 (résultats de simulations numériques et mesures expérimentales) à la température de la masse d'air et mise en évidence de l'effet du rayonnement solaire au cours du mois de mars 2020.

Il en sort que le cycle de gel-dégel que le béton peut subir dans des conditions d'exposition réelles peut être estimé à partir des fluctuations de température de la masse d'air disponibles sur les sites web nationaux. L'effet du rayonnement solaire varie d'une région à une autre, il est très faible en début et au cours de la saison hivernale et devient plus important en sortie d'hiver.

5.2 Etude des évolutions de température de la masse d'air de pays à climats sévères

Dans le but de vérifier les résultats obtenus d'après la campagne du Mont Aigoual et d'étendre les observations concernant la non-représentativité du [+20/-20°C] vis-à-vis des conditions réelles de gel-dégel, nous avons décidé d'étudier les conditions hivernales dans d'autres régions du monde à climat modéré et sévère. Plusieurs sites ont été considérés : Méaudre située dans le département de l'Isère en région Auvergne-Rhône-Alpes, en France (45,13°N|5,53°E, altitude de 976mètres), Ulaan-Bator en Mongolie (47,92°N | 106,87°E, altitude 1307 mètres), Winnipeg (49,90°N | 97,23°O, altitude 239 mètres) et Québec (46,80°N | 71,38°O, altitude 70 mètres) deux sites situés au Canada, Nizhny Novgorod en Russie, (56,27°N | 44,00°E, altitude 157 mètres) ainsi que celles de plusieurs régions situées dans des pays nordiques (Boras au Suède, Trondheim et Oslo en Norvège, article joint en Annexe V). Pour ces régions, l'effet du rayonnement solaire est supposé

être moins important que celui au Mont Aigoual, les régions considérées étant toutes situées dans la partie supérieure de la Planète, à part Méaudre (section 3 de l'Annexe VI). Ainsi, à la base des derniers résultats concernant la relation entre la température en surface du béton et la température de la masse d'air présentés dans la section 5.1, une étude a été réalisée à partir des mesures de température de la masse d'air (moyennes journalières ou horaires) disponibles sur les sites web nationaux des différents sites concernés. Les courbes de températures des différents sites étudiés sont données dans la section 4 en Annexe VI. Ces séries temporelles sont toutes normalisées au cycle normalisé [+20/-20°C] et à la température minimale enregistrée dans la région la plus froide (-25°C pour les pays nordiques et -40°C pour les autres sites) avec une référence particulière à l'isotherme 0°C.

Nous remarquons que les cycles de gel-dégel, dans ces pays à climats réputés sévères, apparaissent à l'entrée (mois de novembre) et à la sortie (mois de mars) de la saison hivernale uniquement, (Figure 4-17, Figure 4-18). La température maximale des cycles thermiques de gel-dégel fluctue entre $+10^{\circ}$ C et $+5^{\circ}$ C, cette dernière étant la plus fréquente, tandis que la température minimale fluctue autour de -5 et -15° C. En effet, les cycles de gel-dégel apparaissent avec une amplitude totale de 10 °C ([+5/-5°C]) à 20 °C ([+10/-10°C] ou [+5/-15°C]) selon la région considérée. Cependant, d'après les séries chronologiques, un cycle complet conventionnel de gel-dégel d'une amplitude de [+20/-20°C] ne se produit jamais dans les emplacements géométriques considérées, représentatives de pays à climat réputé sévère.

Pour Méaudre (Figure 4-17), les amplitudes des cycles de gel-dégel sont de l'ordre de 17 à 25°C fluctuant entre [+10/-7°C] ou [+20/-5°C]. Des cycles de gel-dégel régulier apparaissent au mois de novembre et puis à partir de mi-février de l'année. Les cycles de gel sont dans la gamme [0 à -5/-15°C] la plupart du temps, rarement jusqu'à -19°C et apparaissent surtout aux mois de décembre et janvier.



Figure 4-17 : Série chronologique de la température sous abri mesurée pendant l'hiver 2020-21 à Méaudre.

Pour Nizhny Novgorod (section 4.1.2 de l'Annexe VI), l'hiver commence et s'achève avec des cycles de gel-dégel plus ou moins réguliers fluctuant entre +7 et -8°C (ces cycles apparaissent fin octobre et dans la seconde moitié du mois de mars). En plein hiver, nous observons des cycles de gel réguliers fluctuant entre [-5/-15°C] et d'autres irréguliers où la température minimale peut atteindre -33°C.

Bref, pour l'Europe continentale, les amplitudes totales (T_x-T_n) des cycles de gel-dégel ont une amplitude (T_x-T_n) de 10°C dans la gamme [+5/-5°C] et ne dépassent jamais 20°C dans la gamme [+5/-15°C].

En plein hiver, la température atteint des valeurs extrêmement basses, de l'ordre de -30° C voir - 40°C à Ulaan-Baator (Figure 4-18). Pourtant, la température ne dépasse pas les -10° C ce qui correspond à ce que nous appelons le "cycle de gel". A partir du mois d'octobre jusqu'à minovembre, nous observons des cycles de gel-dégel très réguliers d'amplitude 20°C sous forme de cycles de [+10/-10°C] ou [+5/-15°C], avec une situation assez comparable à la fin de la période hivernale (mars).


Figure 4-18 : Série chronologique de la température sous abri mesurée pendant l'hiver 2020-21 à Ulaan-Baator.

Pour les sites canadiens (section 4.2 de l'Annexe VI), les conditions des périodes de gel sont assez intenses avec des températures minimales pouvant atteindre -35°C qui persistent pendant plusieurs jours, mais l'amplitude du cycle de gel-dégel reste dans une fourchette entre 10 et 20°C.

A Winnipeg, la situation est caractérisée par des cycles de gel irréguliers en mi-novembre fluctuant entre -5 et -10°C et des cycles de gel-dégel plus réguliers à la fin de la période hivernale (fin février, début mars) fluctuant entre +10 et -15°C sous forme de cycles de gel-dégel de [+5/-15°C], [+10/-5°C], [+5/-10°C] et [+7/-5°C]. En pleine hiver, des cycles de gel fluctuent entre 0 et -10°C et d'autres se situent dans les intervalles [-5/-25°C] et [-25/-35 °C] avec des températures minimales pouvant atteindre -40°C. Au Québec, des cycles de gel-dégel se produisent de la fin octobre à la mi-décembre avec des intensités se situant la plupart du temps dans l'intervalle [+5/-10°C]. À la fin de la période hivernale (fin mars), quelques cycles réguliers présentent des intensités de l'ordre de [+15/-5°C]. En pleine hiver, la température maximale ne dépasse que rarement 0°C. Les amplitudes maximales des cycles de gel se situent autour de 20°C avec des températures minimales (T_n) descendant fréquemment jusqu'à -15°C voire -25°C.

Dans le cas des pays nordiques, la température maximale des cycles thermiques fluctue entre $+10^{\circ}$ C et $+5^{\circ}$ C, cette dernière étant aussi la plus fréquente, tandis que la température minimale fluctue autour de $-5/-10^{\circ}$ C. Lorsque la température descend à -10° C ou -17° C, la température maximale ne dépasse pas $+2^{\circ}$ C. Une étude des évolutions des séries chronologiques de la température

quotidienne moyenne filtrée [Min (T_n), Max (T_x)] pour les stations de Trondheim et d'Oslo en Norvège et celle de Boras au Suède a été publiée dans en [55] joint en Annexe V.

Même si cette étude ne correspond pas à une analyse statistique poussée, elle nous permet de confirmer nos données du Mont Aigoual en ce qui concerne la non-représentativité du cycle normatif de [+20/-20°C] vis-à-vis des conditions réelles de gel-dégel, même dans les pays à climat réputé modéré ou même sévère.

6 **Bilan**

A partir de la campagne réalisée à la station météorologique du Mont Aigoual, il apparaît qu'en contradiction avec l'ensemble des cycles conventionnels utilisés en pratique pour les essais de geldégel, le profil thermique du béton est fortement asymétrique. D'après l'étude des conditions de gel-dégel dans les pays à climat modéré ou sévère de plusieurs régions du globe, nous constatons qu'en pleine hiver, des « cycles de gel » persistent se traduisant par une température qui demeure négative pendant plusieurs jours. Lorsque les cycles de gel-dégel apparaissent au début (mois de octobre/novembre) et à la fin (mois de mars) de la saison hivernale, **l'amplitude totale du cycle thermique n'a jamais été trouvée égale à 40°C mais plutôt de 15 à 20°C**. On en conclut que le cycle [+20/-20°C] est loin d'être représentatif des conditions réelles de gel-dégel que le béton pourrait subir même dans les conditions de climat sévère.

Ainsi, étant donné que ce cycle n'est pas réaliste et n'apparaît nulle part dans les conditions climatiques mêmes dans les pays à climat réputé « sévère » ; et en vue des conditions d'essai dispersées observées dans les essais du laboratoire (chapitre 3), un cycle alternatif devrait être proposé qui permet de garantir des courbes de température dans les saumures des éprouvettes testées, avec des vitesses de refroidissement et de réchauffement plus répétables au sein de l'enceinte climatique.

Sur la base de nos investigations sur les fluctuations de température dans différentes régions, toutes caractérisées par un climat modéré ou sévère, nous pouvons proposer deux cycles de gel-dégel alternatifs [+5/-15°C] et [+10/-10°C] caractérisés par une amplitude totale de 20°C au lieu de 40°C et une vitesse de gel ne dépassant pas 2°C/h.

Dans le chapitre 5, nous allons présenter et comparer les résultats obtenus en imposant les deux cycles de gel-dégel proposés et examiner la pertinence de notre choix.

Chapitre 5 : Développement d'un protocole de prédiction de la dégradation du béton en période hivernale

Dans ce dernier chapitre, nous présentons les essais d'écaillage réalisés en imposant les cycles de gel-dégel proposés sur la base des conditions climatiques des pays à climat modéré ou sévère, présentées dans le chapitre 4. Deux cycles, d'amplitude 20°C sur 24h chacun, ont été proposés : [+10/-10°C] et [+5/-15°C]. Nous présentons dans la suite les résultats que nous comparons à ceux obtenus avec le cycle normatif [+20/-20°C]. Un examen de la pertinence de nos choix des cycles est par la suite réalisé afin de proposer le cycle thermique qui soit à la fois représentatif des conditions réelles de gel-dégel et pertinent. Une étude de cas d'une formulation résistante au gel-dégel, commercialisée dans un milieu de gel sévère en présence de sels de déverglaçage a été également réalisée. Un essai d'inter-comparaison a été mené incluant quatre laboratoires européens afin de tester la reproductibilité des résultats obtenus avec le cycle proposé. Finalement, une application de la méthode d'émission acoustique sur une éprouvette de béton exposée aux cycles de gel-dégel a été exploitée.

1 Présentation des campagnes expérimentales

Deux gâchées de béton ont été réalisées en vue de réaliser des éprouvettes destinées d'une part aux essais avec le cycle [+10/-10°C] et d'autre part aux essais avec le cycle [+5/-15°C]. La formulation testée est celle du béton de référence présentée dans la Table 2-1. La confection des éprouvettes a été réalisée dans des moules en PVC (mêmes moules utilisés pour la confection des éprouvettes testées au [+20/-20°C]). Quatre cubes de dimensions $15 \times 15 \times 15$ cm³ ont été confectionnés dans chaque campagne d'essais. Les éprouvettes ont été sciées en deux parallèlement à la face talochée, de façon à avoir quatre éprouvettes à surface sciée et quatre à face fond de moule pour chacun des essais.

1.1 Propriétés du béton

La Table 5-1 ci-dessous donne les valeurs de l'affaissement et de la teneur en air à l'était frais mesurées pour les deux gâchées de béton. Les valeurs du \overline{L} ont été également mesurées

conformément à la procédure B de l'ASTM C457/C 457M [138] dont le principe a été décrit dans le 0.

Dronviétés mosurées	Béton pour essais	Béton pour
r roprietes mesurees	[+10/-10°C]	essais [+5/-15°C]
Teneur en air	6,7%	5%
Affaissement	140 mm	180 mm
\overline{L} (au cœur du cube)	200 µm	242 µm
\overline{L} (à 1 cm du fond de moule)	177 μm	212 µm

Table 5-1 : Caractéristiques de la formulation à l'état frais des deux gâchées de béton.

Les éprouvettes ont été conservées selon le même mode de cure décrit dans la section 3.1 du chapitre 2. L'âge au sciage a été maintenu à 12 jours afin de pouvoir comparer les résultats d'écaillage sous les différents cycles imposés. Ensuite, à l'âge de 25 jours, elles ont été configurées selon la méthode décrite dans la section 3.2 du chapitre 2. Suite à la période de 72 heures de présaturation par une couche de 3 mm d'eau déminéralisée, les éprouvettes ont été exposées à 56 cycles de gel-dégel à partir de l'âge de 31 jours.

1.2 Paramètres des cycles de gel-dégel imposés

Les cycles de gel-dégel imposés dans ces deux campagnes d'essai sont d'amplitude thermique totale de 20°C (soit la moitié de l'amplitude du cycle normatif) sur une durée de 24h. Les températures nominales des cycles imposés sont données dans la Figure 5-1. Il s'agit de cycles avec un taux de gel moyen de l'ordre de $-1,5 \pm 0,2$ °C/h, suivi d'un palier à la température minimale de 2h. La phase de dégel s'effectue avec un taux de dégel moyen de 2,5 \pm 0,2 °C/h suivie d'un palier de dégel de 2h à la température maximale. Les consignes ont été régulées dans l'air de l'enceinte, les paramètres du cycle cités correspondent aux valeurs moyennes mesurées dans les saumures des éprouvettes testées. Si ces caractéristiques sont en désaccord avec le cycle thermique classique, elles présentent pourtant le grand avantage de répondre aux recommandations données par Janssen [136] dans sa publication sur les exigences pour un essai de résistance du béton au gel.



Figure 5-1 : Températures nominales des cycles imposés.

2 Résultats et discussions

2.1 Etude des conditions thermiques de l'essai avec les cycles proposés

Nous rappelons qu'avec le cycle [+20/-20°C], un écart de 9°C a été identifié à un même instant *t* entre les températures de deux éprouvettes placées à deux positions différentes dans l'enceinte. Les températures minimales atteintes dans les saumures des différentes éprouvettes différaient de plus de 6°C. De plus, le palier de changement de phase n'était répétable ni en termes de durée, ni d'amplitude, ni de température de nucléation. En effet, les points de nucléation étaient apparus à des températures très dispersées variant entre -2°C et -7°C avec une durée du palier de changement de phase variable (de 9 à 40 minutes), (Figure 5-2).



Figure 5-2 : Mesures des évolutions de température dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte au cours du cycle [+20/-20°C] du slab test.

Les mesures des températures dans les saumures des éprouvettes placées aux différentes positions dans l'enceinte sous les deux cycles de [+10/-10°C] et [+5/-15°C] sont données dans les Figure 5-3 et Figure 5-4, respectivement. Ces mesures ont été réalisées à l'aide de thermocouples de type K hermétiquement scellés plongés dans les saumures des éprouvettes.

Nous remarquons que la dispersion identifiée dans le cas de l'essai avec le cycle normatif de [+20/-20°C] a été considérablement réduite en réduisant l'amplitude du cycle thermique imposé de 40°C à 20°C. Ceci est visible dans le cas des enregistrements des deux cycles [+10/-10°C] et [+5/-15°C]. Nous remarquons, que le point de nucléation est devenu plus répétable en température et en durée dans les cas des deux cycles proposés (Figure 5-3, Figure 5-4). Ceci constitue un point très fort vu que ce palier détermine la température à laquelle la formation de la glace débute en surface du béton. Par conséquent, plus cette température baisse, plus la formation de la glace devient retardée (sachant que pour une solution saline à 3% NaCl, le point de nucléation est de -1,79°C selon [19], [89], [139]). Ainsi, l'uniformisation de cette température et la durée de ce palier est primordiale et s'inscrit dans les paramètres essentiels réduisant la dispersion dans les conditions de l'essai.



Figure 5-3 : Mesures des évolutions de température dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte au cours du cycle [+10/-10°C] proposé.

En outre, d'après la Figure 5-4, les courbes de température dans les saumures des éprouvettes sont presque superposées à l'exception de celles données par les deux thermocouples désignés par « CHAN6 » et « CHAN4 » qui dévient légèrement des autres courbes. Ces thermocouples mesurent les températures dans les saumures des éprouvettes placées dans les positions centrales de l'enceinte, les autres étant celles des éprouvettes placées dans les positions extrêmes gauches et droites de l'enceinte. Les courbes de température des deux thermocouples cités ci-dessus remontent à une température maximale de l'ordre de 3°C et n'atteignent pas 5°C comme les autres éprouvettes. Ceci pourrait être lié à une ventilation moins importante dans les positions centrales, par rapport à celles extrêmes gauche et droite, où la ventilation est facilitée par les perforages de part et d'autre dans l'enceinte (Figure 3-4), pourtant la différence identifiée reste mineure. Néanmoins, force est de constater que la dispersion globale est bien meilleure qu'avec le cycle [+20/-20°C].



Figure 5-4 : Mesures des évolutions de température dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte au cours du cycle [+5/-15°C] proposé.

2.2 Effet de l'amplitude du cycle sur le fonctionnement de l'enceinte climatique

Une tentative d'explication des différences observées dans les distributions de température aux différentes positions de l'enceinte avec les cycles de [+10/-10°C] et de [+5/-15°C] comparés au cycle de [+20/-20°C] est proposée dans cette section d'après le diagramme psychrométrique (Figure 5-5). Nous précisons d'abord que le diagramme psychrométrique permet la représentation des transformations de l'air et le calcul de plusieurs propriétés pendant les phases de chauffage ou de refroidissement. Ce diagramme est fréquemment utilisé dans le domaine des installations de climatisation (chauffage et refroidissement). Il donne les caractéristiques physiques de l'air humide dans tous les états qu'il peut occuper tel que **la température de bulbe sec** (température de l'axe horizontale), **la teneur en vapeur d'eau** en (g/kg) donnée par l'axe verticale. On y trouve aussi **l'humidité relative (HR)** donnée par le réseau des courbes balayant le diagramme (obtenue par la division de la teneur en vapeur d'eau dans l'air par son humidité de saturation). Finalement, **les**

valeurs d'enthalpies sont données par le réseau de lignes obliques. Il s'agit de la quantité de chaleur totale de l'air humide considéré, elle s'exprime en (KJ/Kg).

La diminution de la dispersion dans les distributions de température observée dans le cas des cycles d'amplitude 20°C ([+10/-10°C] et le [+5/-15°C]) par rapport au cycle [+20/-20°C] d'amplitude 40°C, peut être expliquée par l'effet de la variation de l'enthalpie de l'air au cours du cycle. En effet, dans le cas de l'application d'un cycle d'amplitude thermique 40°C, la variation de l'enthalpie de l'air est plus importante que celle dans le cas d'un cycle d'amplitude 20°C. D'après le diagramme psychrométrique, l'enthalpie de l'air varie d'environ 60 KJ par Kg d'air sec dans le cas du cycle de $[+20/-20^{\circ}C]$, cependant la variation est de l'ordre de 25 KJ par Kg d'air dans le cas des deux cycles d'amplitude 20°C. Pour effectuer le traitement thermique du volume d'air correspondant à la consigne, l'enceinte consommera une puissance (Watt) dans le cas du cycle [+20/-20°C] qui vaut plus que le double de celle consommée dans le cas des cycles d'amplitude 20°C. Dans le cas d'une enceinte climatique, l'augmentation de la puissance consommée est accompagnée d'une augmentation de la vitesse du ventilateur effectuant le soufflage d'air. Par conséquent, l'air froid animé d'une grande vitesse se heurte aux parois de l'enceinte et chute rapidement, pénalisant ainsi l'homogénéisation de la température aux différentes positions de celleci. En effet, la maîtrise de la diffusion de l'air froid est plus délicate que celle de l'air chaud, en vue de sa capacité à chuter rapidement (étant beaucoup plus lourd que l'air chaud).

L'air froid doit être ainsi animé d'une vitesse lui permettant à de se stratifier au niveau du plafond. Ensuite, ventilé à une vitesse optimale, il descendra lentement vers le bas, ce qui permettra de garantir une bonne distribution de la température dans les différentes parties du volume étudié. Dans le domaine de la climatisation et l'énergétique des bâtiments, ceci est connu par « l'effet coanda » [140]. Or ceci n'est pas possible dans le cas du cycle [+20/-20°C] d'amplitude 40°C, le traitement thermique de l'air au cours du cycle [+20/-20°C] nécessite une grande puissance dans l'enceinte engendrant une ventilation importante, ce qui se traduit par une distribution hétérogène de la température dans les différentes positions de l'enceinte.



Figure 5-5 : Diagramme psychométrique, les cycles $[+20/-20^{\circ}C]$ (en rouge), $[+10/-10^{\circ}C]$ (en bleu) et $[+5/-15^{\circ}C]$ (en vert) sont marqués sur le diagramme.

Dans les cas des cycles de d'amplitude 20°C, la puissance nécessaire pour faire ce passage de température est moins importante que celle requise dans le cas du [+20/-20°C], ce qui implique des vitesses de refroidissement et de réchauffement plus optimales et un traitement thermique de l'air plus efficace. De plus, nous remarquons d'après le diagramme psychrométrique que la diminution de la teneur en eau de l'air de l'enceinte est plus importante dans le cas du [+20/-20°C] que dans le cas des cycles d'amplitudes 20°C. Cette perte se traduit par une condensation qui affecte le fonctionnement de l'enceinte, par ce que cette eau nécessite une énergie pour être chauffée au cours du traitement thermique de l'air.

Les deux facteurs cités affectent l'homogénéisation des conditions thermiques dans les différentes positions dans l'enceinte de l'essai.

Le cycle [+20/-20°C] est ainsi un cycle instable du point de vue thermodynamique (système [Air-Eau]) et donc difficilement réalisable dans des conditions répétables par les enceintes climatiques, mêmes puissantes.

Par ailleurs, nous l'avons vu dans le chapitre précédent (chapitre 4), ce cycle est d'une amplitude qui n'est jamais atteinte dans les conditions naturelles, même pour des environnements réputés à gel sévère tels que le Canada, la Russie ou encore la Mongolie et les pays nordiques. Il n'est donc pas représentatif des conditions de gel-dégel que le béton pourrait subir même dans les pays à climats sévères.

2.3 Résultats d'écaillage

2.3.1 Description des courbes d'écaillage

Les courbes de moyennes de pertes cumulées d'écaillage en fonction des 56 cycles [+10/-10°C], [+5/-15°C] et [+20/-20°C], sont données dans les Figure 5-6 et Figure 5-7 pour les séries des éprouvettes à face sciée (SS) et celles à face fond de moule (FM). Celles donnant les pertes cumulées de chacune des quatre éprouvettes testées de chaque série au cours des 56 cycles de [+10/-10°C] et [+5/-15°C] sont données dans la section 1 de l'Annexe VIII.



Figure 5-6 : Moyennes des pertes cumulées d'écaillage en fonction des 56 cycles de [+10/-10°C], [+5/-15°C] et [+20/-20°C] pour les séries d'éprouvettes à Surface Sciée (SS).

Figure 5-7 : Moyennes des pertes cumulées d'écaillage en fonction des 56 cycles de [+10/-10°C], [+5/-15°C] et [+20/-20°C] pour les séries d'éprouvettes à face Fond de Moule (FM).

D'abord, nous remarquons que même si l'écaillage mesuré est le plus faible dans le cas des éprouvettes testées à 56 cycles de [+10/-10°C] (131 g/m² pour les éprouvettes à surface sciée et 758 g/m² pour les éprouvettes à face fond de moule), néanmoins il n'est pas négligeable. Nous rappelons que de l'écaillage a été détecté même dans le cas des éprouvettes exposées au Mont

Aigoual où les cycles de gel –dégel fluctuaient entre +5 et -5°C. Ceci n'est pas en accord à ce qui a été trouvé par plusieurs auteurs qui considèrent que l'écaillage ne devient significatif qu'endessous de -10°C [56], [19], [58] [15].

D'ailleurs, il a été remarqué dans les enregistrements de température dans les pays à climats sévères (chapitre 4) que lorsque la température descend en dessous de -10° C, elle ne remonte pas beaucoup en-dessus de 0° C en période de dégel (les cycles de gel-dégel symétriques sont rares quand la température descend bien en-dessous de 0° C).

Cet état de fait nous mène à considérer que le cycle de gel-dégel de [+5/-15°C] est plus pertinent car il est représentatif des conditions de gel-dégel réelles. La considération de ce cycle nous permettra de « pessimiser » les conditions de dégradation du béton, en vue de l'effet de la température minimale sur la dégradation de ce matériau par le gel-dégel. La température de -15°C dans le cas du cycle [+5/-15°C] est considérée suffisamment basse pour assurer la nucléation de la glace dans le béton exposé en présence de sels, par rapport à la température de -10°C dans le cas du cycle [+10/-10°C]. De plus, les paramètres du cycle [+5/-15°C] favorisent un fonctionnement métrologique optimal de l'enceinte climatique. Ainsi, nous allons nous focaliser sur les résultats obtenus avec ce cycle dans la suite.

D'après la Figure 5-6 et la Figure 5-7, nous remarquons que la cinétique de dégradation du béton par écaillage est d'abord plus grande dans le cas du [+5/-15°C] par rapport à celle obtenue dans le cas du [+20/-20°C]. Ensuite, la courbe de pertes cumulées d'écaillage avec le [+5/-15°C] prend une allure dont la concavité est dirigée vers le bas, ce qui exprime un taux de dégradation qui diminue et tend vers une valeur limite finale. Ceci est vrai dans le cas des deux types de surfaces d'essai.

Pourtant, dans le cas des essais réalisés avec le [+20/-20°C], les pertes cumulées évoluent suivant une courbe croissante dont la concavité est dirigée vers le haut, ce qui exprime un taux de dégradation qui continue à évoluer au cours des 56 cycles de gel-dégel appliqués.

Ces observations remettent en question la notion de « sévérité » du cycle de gel-dégel imposé dans l'essai normatif. On peut raisonnablement questionner la signification de la valeur d'écaillage considérée à 56 cycles de gel-dégel de [+20/-20°C], étant donné que les taux d'écaillage continuent à croître même après la fin de l'essai (ce qui exprime une dégradation continue du béton). En

revanche, avec le [+5/-15°C], les taux de dégradation par écaillage tendent à diminuer à partir du 28^{ème} cycle de gel-dégel, (Figure 5-6 et Figure 5-7).

2.3.2 Discussions

En se basant sur la théorie du « glue-spalling » [5], l'écaillage est supposé être provoqué par la fissuration de la couche de saumure en surface du béton. Comme la saumure a été renouvelée tous les 7 cycles de gel-dégel, ceci devrait alors entraîner une quantité d'écaillage relativement constante au cours des cycles [5]. Toutefois, ceci n'a pas vérifié dans le cas où le cycle [+5/-15°C] a été imposé, une diminution du taux de dégradation par écaillage a été observée à partir de 28 cycles aussi bien pour les éprouvettes à surface sciée que pour celles à face fond de moule.

D'autre part, une analyse des courbes de déformations d'un VER de béton numérique au cours de 50 cycles de gel-dégel, à l'aide de l'approche multi-échelles développée dans la section 6.1 du chapitre 2, a été réalisée. La Figure 5-8 donne l'évolution des déformations calculées au cours des cycles de gel/dégel de [+5/-15°C] et [+20/-20 °C], en fonction du temps et de la température. Les courbes aux échelles pâte et mortier sont données dans la section 2 de l'Annexe VIII.



Figure 5-8 : Evolutions des déformations l'échelle du béton au cours de 10 cycles de gel/dégel de [+5/-15°C] et [+20/-20°C], cas d'une pâte de ciment à E/C=0,5, saturée (SAT=0,99) et à 3% NaCl.

Nous remarquons que la répétition des cycles de gel-dégel engendrent des déformations (à la température minimale et après le dégel) qui continuent à évoluer mais diminuent de vitesse suite aux premiers cycles de gel-dégel. Les premiers cycles semblent être les plus sévères. Cette tendance dans l'évolution des déformations a été attribuée dans [48] au gonflement de la porosité de la pâte au cours des cycles qui se trouvent capables d'accommoder un volume d'eau plus important. Ainsi, sous l'hypothèse que les pressions développées dans les pores près de la surface exposée sont parmi les mécanismes qui favorisent l'écaillage, nous ne pouvons pas donner une explication à l'allure croissante des courbes de pertes cumulées au cours des cycles de gel-dégel obtenues dans le cas des éprouvettes (à surface sciée et à face fond de moule) exposées au cycle normatif [+20/-20°C].

Deux hypothèses peuvent être à la base des différences de tendance de dégradation observée.

D'abord, l'effet d'un apport d'eau supplémentaire qui a lieu suite à la phase de dégel n'est pas pris en compte dans le modèle. Suite au dégel de la porosité proche de la surface, les pores gonflés sont saturés par transport de liquide à partir de la couche de saumure surmontant le béton. Cela mène à une dégradation continue du matériau sous l'effet de l'augmentation de son état de saturation au cours des cycles de gel-dégel. Ce mécanisme est plus important dans le cas du [+20/-20°C] puisqu'une température de dégel de +20°C permet d'assurer le dégel complet des pores, néanmoins, ceci n'est pas le cas pour le [+5/-15°C]. Dans le modèle, le dégel commence à partir de la température de nucléation et la totalité de la porosité est dégelée à 0°C. Ainsi, il s'agit donc d'un mécanisme physique qui n'a pas été considéré dans le modèle, pouvant expliquer la différence dans les allures des courbes de dégradation par écaillage selon le chargement thermique appliqué.

Ensuite, un autre mécanisme « non-physique » est possible aux cours des cycles de gel-dégel de [+20/-20°C] et peut s'ajouter aux effets des pressions développées lors de la formation de la glace et aux contraintes thermiques qui se développent en surface du béton. La formation de l'ettringite et des sels de Friedel a été citée dans plusieurs études comme étant un mécanisme favorisant l'écaillage (section 1.2.4 du chapitre 1). Ces phases alumineuses sont instables en température. Pour l'ettringite, les valeurs du produit de solubilité augmente de deux ordres de grandeur entre 5 et 20°C [141]. Cette variation de solubilité en fonction de la température souligne que la solubilité de l'ettringite est 100 fois plus grande à 20°C qu'à 5°C. La variation de la solubilité

de l'ettringite a été mesurée pour d'autres plages de température [142]–[145], où la même tendance a été identifiée.

Les alternances des phases de gel-dégel au cours des cycles de gel-dégel peuvent mener à deux mécanismes différents qui, par leur interaction, la dégradation par écaillage peut être amplifiée. Considérons uniquement les comportements de la portlandite et de l'ettringite en température. La solubilité de la portlandite croît avec la diminution de la température [3], [22]–[25], c'est-à-dire au cours de la phase de gel. Sa dissolution mène à la libération des ions calcium (Ca²⁺). Il en résulte la formation des aluminates (les sels de Friedel et l'ettringite) selon les équations décrites dans la section 1.2.4 du chapitre 1. Parallèlement, au cours de la phase de dégel, les aluminates deviennent instables et leur solubilité augmente avec l'augmentation de la température de dégel, les ions qui les constituent sont alors libérés dans la solution, dont le calcium, qui sera disponible pour reformer de la portlandite. Etant donné que la solution saline est renouvelée tous les 7 cycles, le milieu demeure riche en ions chlorures (Cl⁻) qui peuvent se lier aux ions calcium libérés par la dissolution de la portlandite et former des sels de Friedel et de l'ettringite tant que du C₃A reste disponible. Ainsi, d'une part, il s'agit d'un mécanisme qui se développe pendant le gel qui consiste à la formation et la cristallisation des sels (de Friedel et d'ettringite) suite à la dissolution de la portlandite et la réaction avec le C₃A. D'autre part, un autre mécanisme est favorisé en phase de dégel, à 20°C, lié à la dissolution des sels cristallisés. Ainsi, l'alternance de ces deux mécanismes au cours des cycles de gel-dégel entraîne une dégradation continue qui se traduit par une allure de pertes cumulées d'écaillage croissante dans le cas des éprouvettes exposées au $[+20/-20^{\circ}C]$. Au contraire, pour une température de dégel plus baisse (cas du [+5/-15°C]), l'effet de ces mécanismes est limité, la solubilité des sels étant plus faible.

Nous proposons ainsi une hypothèse d'un mécanisme chimique qui favorise la dégradation du béton par l'écaillage en présence des sels de déverglaçage. Il serait intéressant de considérer la même formulation de béton testée dans cette section au [+5/-15°C] et l'exposer aux cycles [0/-15°C], [+20/-15°C]. Ceci permettra de confirmer l'hypothèse avancée ci-dessus. Toutefois, les amplitudes des pressions de cristallisation développées par la croissance du sel de Friedel et de l'ettringite sont difficilement quantifiées. En outre, à notre connaissance, une étude fine des propriétés thermodynamiques de ces composants est absente dans la littérature, ce qui limite la caractérisation de ce mécanisme chimique.

Une caractérisation de plusieurs formulations de béton serait aussi nécessaire pour vérifier l'effet du mécanisme décrit et l'évolution de la dégradation par écaillage.

2.4 Evaluation de la dispersion des résultats d'écaillage

La caractérisation de la dispersion des résultats d'écaillage a été aussi étudiée à l'aide du calcul du coefficient de variation au cours des cycles de gel-dégel. Ce coefficient a été calculé sur les quatre éprouvettes de chaque série. Il prend en compte les hétérogénéités liées à la composition du matériau ainsi que celles liées à sa réponse aux conditions thermiques auxquelles il est exposé.

La Figure 5-9 montre les évolutions des coefficients de variation des résultats d'écaillage pour les séries d'éprouvettes à SS et FM respectivement, au cours des 56 cycles de $[+5/-15^{\circ}C]$ et $[+20/-20^{\circ}C]$. D'après la Figure 5-9 (droite), nous remarquons que la dispersion des résultats des essais d'écaillage reste importante pour les éprouvettes à face du fond de moule quel que soit le chargement thermique appliqué. Le coefficient de variation se stabilise au niveau de 40% après 28 cycles, dans le cas des deux chargements thermiques. Ceci a été lié à l'hétérogénéité de cette face et les effets de bords entraînant une porosité locale importante au niveau de cette face, notamment avec le rapport E/C (0,5) utilisé dans cette formulation de béton.



Figure 5-9 : Evolutions des coefficients de variation des résultats d'écaillage pour les séries d'éprouvettes à SS (à gauche) et FM (à droite) au cours des 56 cycles de [+5/-15°C] et [+20/-20°C].

Pourtant, pour la surface sciée, les résultats sont différents, Figure 5-9 (gauche). Le coefficient de variation passe de 77% après 56 cycles de [+20/-20°C] à 24% et se stabilise à ce niveau après 56 cycles de [+5/-15]. La dispersion des résultats des éprouvettes à surface sciée a été donc réduite avec le cycle [+5/-15°C], suite à l'homogénéisation des conditions thermiques de l'essai.

3 Etude de cas d'une formulation résistante

En vue des résultats obtenus avec le cycle [+5/-15°C], nous avons réalisé une étude de cas d'une formulation résistante au gel-dégel et commercialisée pour un milieu de gel en présence de sels de déverglaçage (noté milieu G+S) conçue conformément aux recommandations des bétons durcis soumis au gel [80]. La formulation de béton testée est donnée dans la Table 5-2 et ses propriétés à l'état frais dans la Table 5-3.

Formulation de béton résistante	Poids (en kg) pour 1m ³
Ciment – Saint-Egrève	
CEM I 52.5 N SR3 CE PM-CP2	385
Agrégats - Carrière de SOUVIGNY-Souvigny	
Sable : 0/1 CL SOUVIGNY	163
0/4 CL SOUVIGNY	652
Gravillon: 4/10 CL SOUVIGNY	353
10/20 CL SOUVIGNY	588
Adjuvants	en % de ciment
- BASF MasterPolyheed 520	1 %
- BASF MasterGlenium SKY 841	1 %
- BASF MasterAir 104DIL	0,2%
Eau de gâchage/Eau efficace	160/150 litres

3.1 Formulation du béton et justification du choix

Table 5-2 : Formulation du béton résistante commercialisée dans un milieu G+S.

Masse volumique selon NF EN 12350-6	2230 kg/m ³
Teneur en air selon NF EN 12350-7	7 %
Affaissement selon NF EN 12350-2	180 mm

Table 5-3 : Caractéristiques de la formulation à l'état frais.

D'après la caractérisation des granulats présentée en Annexe III, section 2, la fraction 0/2 mm des sables SOUVIGNY est limitée à 10% de fines, le pourcentage de passants à 0,08 mm pour les 2 fractions de sable 0/1 et 0/4 mm est inférieur à 10%. Les gravillons SOUVIGNY sont résistants au gel conformément à la norme NF EN 1367-1. De plus, le diamètre maximal utilisé est de 20 mm < 31,5 mm. D'autre part, le ciment utilisé dans la formulation est du CEM I avec les mentions PM (prise de mer) et SR3 (résistant aux sulfates). Ce ciment est recommandé pour des bétons utilisés dans des milieux à salage fréquents [80], sa fiche technique est donnée en Annexe III, section 3. Le dosage en ciment utilisé dans la formulation est de 385 kg/m³. Concernant les caractéristiques de la formulation, le rapport E/C est de 0.4 < 0.45, ce qui constitue un paramètre important déterminant la porosité du béton et la quantité d'eau gelable au cours des cycles de gel-dégel. De plus, la résistance moyenne à la compression du béton à 28 jours est de 37 MPa avec un écart-type de 1,7 MPa pour les valeurs obtenues des deux gâchées (ce qui supérieur à 35 MPa). Finalement les caractéristiques du réseau de bulles d'air dont les valeurs du facteur d'espacement obtenues à 1 cm du fond de moule et au niveau de la surface sciée (sur une section découpée au cœur du cube) sont données dans la Table 5-4. La valeur du \overline{L} est bien inférieure à 200 µm. Les bulles d'air étant proches, l'eau expulsée pendant la phase de gel n'a pas à franchir de « longue distance » avant de se retrouver dans une bulle d'air dans laquelle la glace peut se former sans provoquer des contraintes importantes.

Section sciée <u>à 1 cm du fond du moule</u>				
Ac (%)	L (µm)	α (mm ⁻¹)	D (µm)	\overline{L} (µm)
6,4	138,07	28,97	207,10	158
Section sciée <u>au cœur du cube</u>				
Ac (%)	L (µm)	α (mm ⁻¹)	D (µm)	\overline{L} (µm)
4,87	122,49	32,66	183,73	148

Table 5-4 : Caractéristiques du réseau d'air de la formulation résistante testée.

Nous montrons ainsi que la formule étudiée est une formulation conforme aux recommandations d'élaboration un béton performant dans un milieu G+S [80] (en d'autres termes, il s'agit d'une formulation réglementairement résistante).

3.2 Résultats d'écaillage

Nous présentons, sur une échelle logarithmique, les courbes des moyennes de pertes cumulées des séries d'éprouvettes de béton résistant à base du CEM I SR3, à Surface Sciée notée SS et à face Fond de Moule notée FM, (Figure 5-10, Figure 5-11). Sur les mêmes graphes, nous traçons les courbes de moyennes de pertes cumulées des séries d'éprouvettes dont la formulation est celle du béton de référence à base de CEM II. Les pointillés verticaux de part et d'autres des valeurs de la moyenne représentent les valeurs maximales et minimales obtenues sur les quatre éprouvettes testées de chaque série. Les courbes des moyennes de pertes cumulées de pertes cumulées de pertes cumulées de pertes cumulées de chaque série. Les courbes de moyennes de pertes cumulées de pertes cumulées de chaque série. Les courbes des moyennes de pertes cumulées de chaque série. Une courbes de gel-dégel sont données dans la section 3 de l'Annexe VIII.

D'abord, nous retrouvons la même allure de la courbe représentant l'évolution du taux d'écaillage dans le cas de cette formulation de béton résistant. Ceci est en accord avec les résultats obtenus pour la formulation de béton de référence testée au [+5/-15°C].

Après 56 cycles de gel-dégel, la moyenne de pertes cumulées d'écaillage obtenue sur 4 éprouvettes à face fond de moule est de 11,47 g/m² et de 18,12 g/m² pour celles à surface sciée.

Des faibles taux d'écaillage ont été attendus s'agissant d'une formulation de béton réglementairement résistante. Toutefois, l'ordre de grandeur de l'écaillage obtenu est faible pour les éprouvettes de béton à base du ciment CEM I SR3, de l'ordre d'une dizaine de grammes par mètre carré, plusieurs dizaines de fois moins de celui des éprouvettes de béton à base de ciment CEM II. Plusieurs facteurs expliquent cette différence, d'abord, le rapport E/C de 0,4 faible garantissant une porosité faible dans le béton par rapport à la formulation de référence de rapport E/C=0,5, un réseau de bulles d'air efficace avec un facteur d'espacement inférieur à 200 μ m et finalement le type de ciment utilisé CEM I SR3 avec mention PM.

Le calcul des coefficients de variation au cours des cycles de gel-dégel montre une faible dispersion des résultats d'écaillage des deux séries d'éprouvettes. Après 56 cycles, ces coefficients sont de 31% et 20%, pour les séries d'éprouvettes à face sciée et fond de moule respectivement.





Figure 5-11 : Moyennes des pertes cumulées d'écaillage des éprouvettes de béton à base de ciment CEM II et CEM I SR3, Face Fond de Moule (FM), en fonction des 56 cycles de [+5/-15°C].

Malgré les résultats intéressants de cette étude sur une formulation de béton résistant, l'exploitation des données demeure limitée en vue des faibles masses écaillées, ce qui justifie l'intérêt de partir dès le départ sur une formulation peu-résistante conçue avec le ciment CEM II (ciment calcaire), classique et courante dans les ouvrages de génie civil, permettant ainsi d'avoir de données exploitables, dans un temps raisonnable.

3.3 Analyse des écailles par DRX

Une analyse par diffraction aux rayons X a été réalisée sur les écailles provenant des éprouvettes de béton) à base de CEM II et celles à base du CEM I SR3 dans le but de vérifier si la nature du liant peut avoir un effet visible sur les résultats d'écaillage. Les spectres obtenus par DRX des deux échantillons d'écailles testés sont donnés par la Figure 5-12.

Dans l'analyse par DRX, nous identifions les pics de la biotite et du quartz (provenant des granulats de sable et de graviers), celui de l'albite (assemblage d'ions de sodium provenant de la solution saline de NaCl, d'ions silicium, d'aluminium et d'oxygène) le pic de clinochlore¹ et de la chlorite-

¹ Minéral de la famille des chlorites, répondant à la formule (Mg,Al)₃Mg₃[Si₃AlO₁₀(OH)₂](OH)₆.

serpentine (formes d'alumino-silicates hydratés) ainsi que celui de la calcite. Nous remarquons que les pics pour les deux échantillons se superposent globalement, à l'exception d'un seul pic qui apparaît dans le cas de l'échantillon des écailles du béton de référence à base du ciment CEM II, mais qui n'existe pas dans le cas de des écailles provenant du béton à base du ciment CEM I SR3. Ce pic se situe aux alentours de 2θ =12°. Il correspond au sel de Friedel² répondant à la formule C₃A.CaCl₂.10H₂O, ainsi qu'il a été identifié dans plusieurs études dont celles de [29] et [30].

S'agissant d'un ciment CEM I SR3 (dont la teneur en C_3A est de 2,1% < 3%), la formation des sels de Friedel et l'ettringite est limitée. L'absence du pic du sel de Friedel dans les écailles du béton à la base de ce ciment permet de mettre en évidence le rôle de des sels dans la dégradation du béton par écaillage. En effet, les ciments à faible teneur en C₃A ont été distingués par une bonne résistance au gel [33], [2], [3].



Figure 5-12 : Spectres DRX des écailles provenant des éprouvettes de béton CEM II (en orange) et CEM I SR3 (en bleu).

Dans [10] une expansion importante a été remarquée pour une éprouvette de pâte de ciment en contact avec une solution saline. Cette expansion a été liée à la cristallisation des sels de Friedel dont la présence a été mise en évidence par une analyse par diffraction aux rayons X (DRX).

² Dans le béton, le sel de Friedel est un marqueur des environnements riches en chlorures (eau de mer ou sels de déverglaçage) [158], [159].

D'autres études qui ont mis en évidence le rôle de ces sels dans la dégradation du béton par écaillage ont été décrites dans la section Chapitre 11.2.4 du chapitre 1([29], [32]).

4 Essai d'inter-comparaison en imposant le cycle [+5/-15°C]

Un essai d'inter-comparaison a été réalisé intégrant 2 laboratoires Français : **GeM** de Centrale Nantes et **SigmaBéton** du groupe VICAT situé à l'Isle d'Abeau et 2 laboratoires Suisses : **TFB** situé à Wildegg et **LafargeHolcim** situé à Eclepéns, en Suisse. Une grande dispersion dans les conditions thermiques imposées au cours de l'essai d'écaillage a été détectée, remettant ainsi en question la fiabilité de l'essai de caractérisation de la résistance du béton à l'écaillage. Dans les premiers essais présentés dans ce chapitre, nous avons remarqué une homogénéisation des conditions thermiques avec le cycle [+5/-15°C] ainsi qu'une réduction de la dispersion des résultats d'écaillage dans le cas de la face sciée. Ceci nous a ramené à organiser un essai d'intercomparaisons afin de vérifier les résultats à une échelle inter-laboratoires.

4.1 Formulation du béton étudiée

La formulation du béton correspond à celle du béton de référence étudiée dans les campagnes précédentes, avec un ajout de 25 kg/m³ de ciment (dans le but de réduire le rapport E/C). La formulation est donnée dans la Table 5-5. Cette formulation a été considérée étant donné qu'elle permet d'avoir des données exploitables. La confection a été réalisée en deux gâchées au laboratoire SigmaBéton. Les propriétés moyennes du béton sont données dans la Table 5-6 avec l'écart-type des valeurs mesurées sur les deux gâchées.

Formulation de béton	Poids (en kg) pour 1m ³
Ciment – VICAT MONTALIEU	
CEM II/A-LL 42,5N CE NF	345
Agrégats - Carrière de SOUVIGNY-Souvigny	
Sable : 0/1 CL SOUVIGNY	249
0/4 CL SOUVIGNY	537
Gravillon: 4/10 CL SOUVIGNY	310
10/20 CL SOUVIGNY	641
Adjuvants	en % de ciment

- Xtend W431-Mapei	1,4 %
Map Plast R14-MapeiMap Air AE20-Mapei	0,2 %
	0,05%
Eau de gâchage/Eau efficace	172/160 litres

Table 5-5 : Formulation de béton de l'essai d'inter-comparaison

Propriétés		Ecart-type
Masse volumique	2320 Kg/m ³	0 Kg/m^3
Teneur en air	4,9 %	0,28 %
Affaissement	160 mm	0 mm
\overline{L} (surface sciée)	215 µm	5 µm
\overline{L} (face moulée)	192 µm	15 µm
f'c	37 MPa	1,7 MPa

Table 5-6 : Caractérisation du béton des deux gâchées.

4.2 Description du cadre de l'essai

34 cubes de dimensions $15 \times 15 \times 15 \ cm^3$ ont été préparées en deux gâchées de 100 L chacune, dont deux cubes ont été dédiés pour la mesure du facteur d'espacement de chaque gâchée. Les moules utilisées sont des moules en PVC. Tous les cubes ont été confectionnés et conservés dans le même laboratoire afin de permettre d'évaluer les résultats des essais avec le moins d'interférence possible, tout en considérant la dispersion habituelle et bien connue des processus de fabrication et de conservation des éprouvettes. Les méthodes de conservation et de préparation sont données en détails dans la section 4.1 de l'Annexe VIII.

Le programme de cure suivi correspond à celui du slab test du CEN-TS 12390-9 [50], il a été détaillé dans la section 3.1 du chapitre 2. Le sciage des cubes en deux a été réalisé à l'âge de 21 jours conformément au Slab Test. Les cubes ont été sciés verticalement (perpendiculairement à la face talochée) de façon obtenir à partir de chaque cube une éprouvette à **surface sciée** et une autre à **face moulée**. Cette dernière est la surface d'essai selon la norme Suisse [54]. En total, 64 éprouvettes ont été obtenues. Pour la configuration des éprouvettes, les cadres SIA ont été montés, comme le montre la Figure 5-13. Ces cadres ont été proposés pour garantir des surfaces d'essai de dimensions uniformes des éprouvettes préparées en évitant les différences remarquées en

appliquant la méthode classique d'application du joint d'étanchéité dite « au doigt ». La méthode de montage des cadres est détaillée dans la 4.2 de l'Annexe VIII. Après configuration, les éprouvettes ont été retournées dans l'enceinte de conservation (à 65% HR et 20°C) pour poursuivre la cure jusqu'à l'âge de 28 jours. A partir de cette étape, les 64 éprouvettes ont été réparties entre les quatre laboratoires, 16 éprouvettes pour chacun (dont 8 à surface sciée = 2 échantillons, et 8 à face moulée= 2 échantillons). Chacun des échantillons considérés provient d'une gâchée de béton, de sorte que les échantillons ont été également distribués entre les quatre laboratoires.

Parmi les laboratoires impliqués, trois ont été équipés d'une enceinte de modèle BINDER (ayant même système de ventilation mais de puissances différentes) et un laboratoire a été équipé d'une enceinte de modèle ACFRI AR 240 P850. Ceci est un point important qui nous a permis de tester le cycle [+5/-15°C] avec deux modèles d'enceintes climatiques, à des puissances différentes. Les systèmes de ventilation des enceintes BINDER et ACFRI ont été présentés dans la section 3.1 du chapitre 3. Les essais d'écaillage ont été réalisés sans les boîtes thermiques en polystyrène (même si leur utilisation est recommandée dans le Slab Test [50]). Ceci parce que les boîtes préparées n'avaient pas été pas convenables pour les dimensions des différentes enceintes des quatre laboratoires.



Figure 5-13 : Photos montrant le montage des cadres SIA.

4.3 Résultats et discussions

4.3.1 Distributions des températures dans les saumures des éprouvettes

Les évolutions de température dans les saumures des éprouvettes testées placées à différentes positions dans les enceintes sont données dans la Figure 5-14, pour les quatre laboratoires d'essai.

La distribution de température dans l'enceinte de chaque laboratoire est homogène avec un écarttype inférieur à 2°C, ce qui représente une amélioration des conditions d'essai avec le cycle [+20/- 20°C] (écart-type dépassant 8°C). Ceci montre que les paramètres du cycle proposé permettent de garantir une bonne distribution dans les différentes positions de l'enceinte, pour les différentes enceintes climatiques.



Figure 5-14 : Evolutions de température dans les saumures des éprouvettes des quatre laboratoires impliqués dans l'essai.

4.3.2 Résultats d'écaillage

Les moyennes des pertes cumulées d'écaillage obtenues dans les quatre laboratoires d'essai sur les deux échantillons testés sont données par les Figure 5-15 et Figure 5-16. Nous rappelons que deux échantillons dont chacun comprend 4 éprouvettes à Surface Sciée (notée SS) et deux échantillons dont chacun comprend 4 éprouvettes à Face Moulée (notée F. Moulée), provenant des deux gâchées de béton, ont été testés dans chacun des laboratoires. Les pointillés verticaux de part et d'autre de la moyenne représentent les valeurs obtenues sur les deux échantillons dans chacun des

laboratoires. Les éprouvettes trouvées trois fois et plus sèches (dont la saumure a été évaporée) au cours de l'essai ont été retirées de l'analyse des résultats.

Nous remarquons que les résultats de la surface sciée sont moins dispersés que ceux de la face moulée dans les quatre laboratoires. Le comportement hétérogène de la peau du béton a été ainsi retrouvée pour la face fond de moule comme pour la face moulée pour une formulation de béton courant (à base de ciment CEM II, de E/C=0,4). L'évaluation de la durabilité du béton à l'écaillage se confirme plus pertinente en considérant la surface sciée comme surface d'essai, ce qui est conforme aux recommandations du Slab Test. Les taux d'écaillage obtenu après 56 cycles de gel-dégel sont donnés dans la Table 5-7.



Figure 5-15 : Courbes de moyennes de pertes cumulées d'écaillage en fonction des cycles de gel-dégel, pour les éprouvettes à surface sciée (SS) des quatre laboratoires d'essai.

Figure 5-16 : Courbes de moyennes de pertes cumulées d'écaillage en fonction des cycles de gel-dégel, pour les éprouvettes à face moulée (F. Moulée) des quatre laboratoires d'essai.

Laboratoires	Moyenne-SS ; écart-type (g/m ²)	Moyenne-F.Moulée ; écart-type (g/m ²)
Lab 1	142 ; 41	528 ; 25
Lab 2	190 ; 29	674 ; 551
Lab3	318;163	401 ; 176
Lab 4	156 ; 25	441 ; 73

 Table 5-7 : Table donnant les moyennes et les écarts-type de pertes cumulées pour les deux séries d'éprouvettes testées dans les quatre laboratoires, après 56 cycles de gel-dégel.

Le coefficient de variation des résultats inter-laboratoires a été calculé pour les deux types de surface d'essai en fonction des cycles de gel-dégel afin d'évaluer la dispersion des résultats, Figure 5-17. Le calcul est donné dans la section 4.4 en Annexe VIII. Ce coefficient prend en compte à la fois les dispersions liées aux hétérogénéités du matériau et celles de la procédure d'essai. Le coefficient de variation des résultats des éprouvettes à face moulée (F. Moulée) diminue avec l'évolution de l'écaillage, Figure 5-17. Le changement d'allure de la courbe du coefficient de variation des éprouvettes à surface sciée (SS) visible par son augmentation à partir du 28^{ème} cycle revient au changement d'allure de pertes cumulées du laboratoire 3 à partir de la même échéance (Figure 5-15), suite à une dégradation excessive d'une éprouvette testée.

A la fin de l'essai, le coefficient de variation de reproductibilité est de 20% et 40% pour les éprouvettes à face moulées et à surface sciée, respectivement (Figure 5-17). Nous rappelons qu'un coefficient de variation de reproductibilité de 70% a été obtenu dans le cas du RRT réalisés par le TG4 après 56 cycles (section 3.3.3, chapitre 1), pour les deux formulations de béton testées. Le rapport entre les valeurs maximales et minimales d'écaillage obtenues à 56 cycles était d'ordre 5, pour les deux formulations de béton testées. Les essais du RRT ont été réalisés conformément au Slab Test (la surface sciée fut donc la surface sciée).



Figure 5-17 : Evolutions des coefficients de variation des résultats d'écaillage inter-laboratoires pour les éprouvettes à face moulée (F. Moulée) et à surface sciée (SS).

Dans cet essai d'inter-comparaison présenté dans cette section, la dispersion inter-laboratoires est plus faible, ce qui est principalement lié à l'homogénéisation des conditions thermiques de l'essai en imposant le [+5/-15°C], en plus du soin considéré dans les étapes de confection, de cure et de la collecte des écailles.

Toutefois, des problèmes de fuite de saumure ont été détectés à travers les cadres SIA mis en œuvre dans cet essai, ce qui a engendré des dispersions dans les résultats d'écaillage intra-laboratoires. Bien que l'homogénéisation des dimensions des surfaces des éprouvettes testées dans les quatre laboratoires impliqués ait été assurée par l'emploi de cadres SIA dans la configuration des éprouvettes, pourtant, leur montage non-étanche a engendré une grande dispersion dans les résultats, ce qui a pénalisé l'analyse des résultats de cet essai.

En appliquant les recommandations de la norme ISO 5725-2 [146], la fiabilité de l'essai (en termes de répétabilité et de reproductibilité) ne peut être raisonnablement évaluée que par le biais d'une étude incluant au moins 8 laboratoires. Une comparaison des résultats de fiabilité en appliquant le cycle [+5/-15°C] et le cycle normatif de [+20/-20°C] sur une même formulation de béton pourra être alors effectuée. Pour limiter les dispersions liées à l'hétérogénéité du matériau, les échantillons de chaque essai RRT doivent être découpés à partir d'une même poutre coulée en une seule gâchée de béton. Pour le moindre de dispersion possible, il sera recommandé de conserver et configurer

les éprouvettes dans un même laboratoire, ainsi l'évaluation de la dispersion concernera la méthode d'essai elle-même en limitant la dispersion liée à l'hétérogénéité du matériau.

5 Tentative de classification des fissures dues aux cycles de geldégel par la technique des émissions acoustiques

Dans cette partie, nous présentons une étude dans laquelle la méthode d'EA est appliquée sur une éprouvette de béton au cours des cycles de gel-dégel. Le dispositif expérimental et le principe de la méthode ont été décrits dans la section 5 du chapitre 2.

Nous tenons à préciser que cette étude est préliminaire dont le but se limite à tester la pertinence de l'application de la méthode d'émission acoustique sur un échantillon de béton exposé aux cycles de gel-dégel. Des études supplémentaires sont nécessaires pour aller plus loin et pouvoir comprendre la complexité du problème.

5.1 Montage des capteurs

L'essai a été réalisé sur une éprouvette de béton (dont la formulation est celle du béton de référence). Deux capteurs WD ont été placés à 1 cm de la surface exposé à la solution saline et un capteur a été placé sur la face supérieure de l'éprouvette du béton comme le montre la Figure 5-18.



Figure 5-18 : Montage des capteurs d'EA sur l'éprouvette de béton exposée au gel-dégel.

Un volume de 400 ml de solution saline à 3% NaCl a été versé dans le bac permettant d'avoir une couche saline d'environ 3 mm en surface du béton. L'éprouvette a été soulevée du fond du bac par des supports de 1 cm de hauteur évitant la superposition de la surface du béton avec le fond du bac métallique. La configuration adoptée ressemble à celle du CDF test, vu que celle du slab test (avec tout le scellement par la mousse EPDM et le polystyrène) ne permet pas un montage simple des

capteurs d'EA près de la surface d'essai. Le cycle de gel-dégel imposé est celui de [+5/-15°C]. Un thermocouple a été plongé dans la solution saline. Le bac a été scellé par un film fin de polyéthylène afin d'éviter le séchage de la solution saline par la ventilation de l'enceinte. L'acquisition s'est déroulée sur une période d'environ 170 heures. L'amplitude de chaque activité, l'énergie cumulée ainsi que les fréquences maximales et moyennes ont été enregistrées au cours des cycles de gel-dégel. Les amplitudes AE enregistrées vont de 0 à 100 dB. Afin de surmonter le bruit de fond, le seuil de détection du signal a été fixé à 45 dB. Le système d'acquisition a été calibré avant l'essai en utilisant une procédure de cassés de mine de crayon HSU-NIELSEN (Norme NF EN 1330).

5.2 Résultats

La Figure 5-19 montre les évolutions moyennes de l'énergie cumulée en fonction de la température, au cours des 3 premiers cycles de gel-dégel. Nous remarquons que l'évolution de l'énergie cumulée est plus importante au cours du premier cycle de gel-dégel et que son évolution diminue au cours des cycles suivants.



Figure 5-19 : Evolutions de l'énergie cumulée libérée pendant un EA au cours des 3 premiers cycles de gel-dégel.

L'énergie cumulée a été identifiée dans plusieurs travaux comme étant proportionnelle à l'énergie de fissuration [147], [148] [149], cité dans [150]. Les résultats d'émission acoustique de Bager

dans [151] réalisée au cours des cycles de gel-dégel ont montré que la partie majeure de dégradation apparaît au cours du premier cycle de gel-dégel.

D'autre part, d'après les courbes d'évolution de l'énergie cumulée en fonction de la température, nous remarquons un saut de l'énergie libérée au niveau de la température du point de nucléation (aux alentours de -3°C) au cours du premier cycle. Cette énergie pourrait être associée à celle libérée au cours de la transformation de l'eau saline en glace, s'agissant d'une réaction exothermique. Ceci a été également observé dans les résultats de Shields et al. dans [150]. De plus, nous remarquons aussi une augmentation de l'énergie au niveau de la température de -10°C, cette augmentation est très prononcée au cours du premier cycle, elle apparaît au cours des cycles suivants mais elle y est moins prononcée. Cette énergie libérée à -10°C pourrait être attribué au gel des pores fins. Selon l'équation (2-13), ce sont les pores de rayon 6,8 nm qui gèlent à cette température, ceci correspond à une famille de pores de gel. Le gel de ces pores fins engendre des fissures importantes dans le matériau. De plus, un saut d'énergie est observé au niveau du palier à la température minimale (-15°C). Ce saut est expliqué par un mécanisme osmotique impliquant un transport de masse et accompagné d'un développement de pressions perturbatrices, comme il a été discuté dans [59] et [15] sur l'effet de la période du palier à la température minimale (h_{min}).

5.2.1 Analyse multi-variables des signaux d'émission acoustique

Vu la complexité des mécanismes impliqués dans au cours des cycles de gel-dégel du béton tel que la formation de la glace, la fissuration induite dans la matrice, dans l'ITZ et les granulats en plus des vibrations dans l'enceinte provoquée par la ventilation, et afin d'identifier les mécanismes d'endommagement en fonction des signaux d'émission acoustique, une analyse multi-variable des signaux acoustiques enregistrés a été proposée. La méthode non supervisée K-means associée au dendrogramme a été appliquée. Le traitement des données a été effectué à l'aide du logiciel Noesis en suivant la méthode décrite dans [152]. La méthode de K-means permet d'obtenir une classification non supervisée en *n* classes représentatives de *n* mécanismes d'endommagement dans le cas de données multidimensionnelles.

Dans la méthode non supervisée, un ensemble de paramètres (amplitude, énergie, fréquence moyenne...) sont extraits du signale d'EA aléatoirement. Ces paramètres peuvent être corrélés et redondants, d'où la nécessité de choisir judicieusement les descripteurs. Les paramètres ont été

classés hiérarchiquement à l'aide du dendrogramme de la Figure 5-20 qui nous informe sur le niveau de corrélation entre les paramètres. Le niveau de corrélation a été fixé à 0,9.



Figure 5-20 : Dendrogramme de corrélation entre les caractéristiques des signaux d'EA.

Dans notre étude, nous avons utilisé les indicateurs suivants : l'énergie, l'amplitude, le temps de monté (rise time), la fréquence moyenne (average frequency), la fréquence maximale (peak frequency) et la durée. Nous rappelons que les significations de ces termes ont été données dans la section 5 du chapitre 2.



Figure 5-21 : Identification des clusters à partie du graphe de Duration-Amplitude.

Quatre clusters ont été identifiés, bien séparés comme montrée dans la Figure 5-21. En considérant les caractéristiques de chaque cluster, notamment les valeurs des fréquences et

d'amplitudes, nous avons constaté que le cluster 2 correspond à la glace et que le cluster 3 correspond au bruit de l'enceinte généré par le système de ventilation. Ceci a été identifié par une étude comparative entre les signaux d'EA obtenus pour un essai de gel-dégel de la même quantité de solution saline et par un capteur libre placé dans l'enceinte lorsque celle-ci fonctionne sous le cycle [+5/-15°C] imposé.





Figure 5-22 : Evolutions de l'amplitude des signaux d'EA correspondant aux clusters du béton au cours des cycles de gel-dégel.

Figure 5-23 : Evolutions des valeurs des fréquences maximales des signaux d'EA correspondant aux clusters du béton au cours des cycles de gel-dégel.



Figure 5-24 : Evolutions du paramètre de l'énergie cumulée des signaux d'EA correspondant aux clusters du béton au cours des cycles de gel-dégel.

Il a été démontré par [153] que la fréquence des signaux d'EA à laquelle le spectre a une fréquence maximale peut être utilisée pour classification de la de fissuration dans les matériaux cimentaires. Les auteurs [153] ont montré que les fissures se produisant à travers les agrégats génèrent des activités d'EA avec une fréquence maximale comprise entre 300 kHz et 400 kHz, tandis que les

fissures se produisant à travers la matrice (pâte et ITZ) ont une fréquence maximale comprise entre 100 kHz et 300 kHz. D'après nos résultats sur les clusters identifiés pour le béton, nous remarquons que les signaux sont principalement de fréquence maximale située entre 100 et 150 kHz relatifs à des fissures dans la matrice. Les agrégats utilisés dans la formulation du béton ont été déjà caractérisés comme résistants au gel (section 2.1.2 du chapitre 2) ce qui pourrait expliquer l'absence de signaux de fréquence maximale située entre 300 et 400 kHz.

5.2.2 Classification des fissures-Méthode RA

En plus de l'analyse multi-variable des signaux d'émission acoustique, la classification des types de fissures pendant les cycles de gel-dégel a été réalisée en calculant la valeur du paramètre RA (**R**ising **A**mplitude ou amplitude de montée) défini comme étant le rapport entre amplitude (en V ou dB) et le temps de montée (rise time en µs). Cette méthode a été standardisée dans le JCMS 2003 [154]. Il a été reconnu que lorsque le matériau se déforme localement, des ondes de traction et des ondes de cisaillement se produisent à l'endroit de la déformation. Les ondes de traction ont une vitesse d'onde rapide, une grande amplitude et un temps de montée court, ce qui se caractérise par une valeur fréquence moyenne (**A**verage **F**requency, AF) plus élevée et une valeur RA plus faible dans le signal d'EA. Au contraire, la vitesse de l'onde de cisaillement est lente. La vitesse plus lente de l'onde entraîne un temps de montée et une durée plus longue, ce qui indique que la valeur AF est plus faible et que la valeur RA est plus élevée dans le signal d'EA, ceci est donné dans la Figure 5-25 ci-dessous.

La courbe séparant les deux domaines de traction de cisaillement n'est pas définie, elle dépend de la nature du matériau étudié. Cependant, il a été proposé dans les recommandations de la RILEM TC 212-ACD [155] d'utiliser la courbe d'équation x=10y pour la séparation des domaines de fissures de traction de celui des fissures de cisaillement. Cette courbe a été utilisée pour classifier les fissurations dans les travaux de Watanabe et al. [156]. Une autre recommandation dans [155] est d'appliquer un rapport de 50 comme rapport entre l'échelle des abscisses et l'échelle des ordonnées sur la base des travaux de Ohtsu [157]. D'ailleurs, en suivant l'une ou l'autre des recommandations citées, les fissurations de traction demeurent les plus abondantes pendant un cycle de gel-dégel, Figure 5-26. Au cours des 7 cycles pendant lesquelles l'acquisition a été réalisée, le type de fissures générées sont toujours classifiées de même type, comme étant des fissures de traction selon la méthode de RA.



Figure 5-25 : Classification des types de fissures selon la relation entre l'AF et le RA [155].

Figure 5-26 : Relation entre la fréquence moyenne (AF) et le RA au cours de sept cycles de gel-dégel de $[+5/-15^{\circ}C]$.

6 Bilan

Dans ce chapitre, l'examen de la pertinence des cycles de gel-dégel proposés sur la base des conditions climatiques a été réalisé. Il a été démontré que le cycle [+5/-15°C] est non seulement représentatif des conditions naturelles d'environnement de gel sévère mais il est également techniquement plus stable et plus facile à réaliser par les enceintes climatiques. Les distributions de température dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte ont été rendues homogènes au cours de l'essai, le fonctionnement de l'enceinte climatique étant optimal avec ce cycle. Ceci a été également vérifié dans d'autres laboratoires Européens dans le cadre d'un essai d'inter-comparaison présenté dans ce chapitre. Une étude de cas d'une formulation résistante a été présentée et a permis de mettre en évidence l'effet de la nature du liant sur la dégradation par écaillage. Les mécanismes chimiques favorisant l'écaillage (du fait de la présence des ions chlorures).

Finalement, une application de la méthode d'émission acoustique sur une éprouvette de béton exposé au gel-dégel a été exploitée. L'analyse a montré que les principales dégradations sont liées à des fissures de traction dans la matrice et l'ITZ (Interface Transition Zone).
Conclusions

Suite à une analyse comparative à l'échelle européenne de la fiabilité des essais de résistance du béton soumis à des cycles de gel-dégel en présence de sels de déverglaçage, cette étude multicritères a été réalisée afin de proposer une évolution du protocole d'essai. Pour cela, une large partie de l'étude a été consacrée à une analyse critique des conditions aux limites d'exposition du béton. Cette analyse est constituée de trois volets :

- Une vérification de la répétabilité des mesures de température, de déformations et de taux d'écaillage en appliquant le protocole normatif (méthode du Slab Test),
- une analyse des données météorologiques de différentes zones du monde classées en gel sévère ou modéré, ainsi que par une étude expérimentale originale sur site au Mont Aigoual en France,
- une modélisation multi-échelles et macroscopique, respectivement pour identifier les effets des cycles de température en laboratoire sur le calcul des déformations du béton endommagé et pour identifier les conditions aux limites réelles sur site par la modélisation des champs de température.

Pour répondre aux interrogations souvent menées sur le choix du type de surface du béton à tester, les premiers essais ont consisté à étudier deux types de surface : la surface sciée (surface d'essai selon le Slab Test) et la face du fond de moule (surface d'essai selon la norme Française XP P18-420). Les résultats ont montré que la face du fond de moule est moins résistante aux cycles de geldégel. Ceci a été lié aux effets de bords (et précisément la ségrégation) provoquant une porosité locale et des hétérogénéités au niveau de cette face fragilisant son comportement vis-à-vis du gel, notamment dans le cas de béton courant (à base de ciment calcaire CEM II, dont le rapport E/C varie entre 0,45 et 0,5). La caractérisation de la face du fond de moule ne permet ainsi qu'une qualification à très court terme. Par la suite, le choix de cette face devrait être revu dans la norme Française en vue de son hétérogénéité et la dispersion des résultats obtenus dans le cas de béton courant. Quant à la méthode du Slab Test du CEN/TS 12390-9, la surface sciée est la surface d'essai en supposant que la peau du béton disparaît rapidement suite à l'exposition du béton. Toutefois, une attention particulière devrait être donnée à l'analyse des résultats puisque les dégradations de la pâte et des granulats pourraient être associés.

Suite à cette distinction sur les propriétés évolutives des surfaces du béton, des mesures de température dans les saumures ont permis de constater que le même cycle n'est pas réellement atteint dans toutes les positions à l'intérieur de l'enceinte climatique, même si les mesures de température sont conformes aux recommandations définies par le Slab Test. **La pertinence technico-scientifique du cycle a été ainsi remise en question.** En fait, l'amplitude thermique du cycle normatif [+20/-20°C] est tellement importante qu'elle engendre des problèmes perturbants l'équilibre hygrothermique de l'enceinte. L'application d'une approche multi-échelles développée dans cette étude a montré que les niveaux de déformations des éprouvettes testées dans l'enceinte sont dispersés et dépendent des paramètres des cycles auxquelles elles ont été exposées dans leurs positions dans l'enceinte. Ce travail de modélisation a permis de mettre en évidence les conséquences de l'hétérogénéité des conditions thermiques au cours des essais d'écaillage actuels et la dispersion des résultats de dégradation qui peut en résulter. Ceci a été négligé dans les études antérieures, cependant il constitue un paramètre essentiel pour assurer la fiabilité d'un essai d'évaluation des performances du béton.

De plus, un manque de représentativité du cycle thermique appliqué dans le cadre des essais normatifs actuels de caractérisation de la résistance du béton à l'écaillage vis-à-vis des conditions climatiques réelles de gel-dégel a été mis en évidence par la campagne menée à la station météorologique du Mont Aigoual, représentative des climats montagnards alpins.

Les observations réalisées dans la campagne du Mont Aigoual ont été étendues en examinant les conditions de gel-dégel dans des pays à climat modéré ou sévère de plusieurs régions du monde.

Nous avons constaté que **l'amplitude totale du cycle thermique n'a jamais été trouvée égale à 40°C mais plutôt de 15 à 20°C**. Cette fourchette semble être également représentative des pays nordiques selon les données des sites officiels météorologiques. Cette amplitude se traduit par des cycles de gel-dégel de [+5/-10 ou -15 °C] pour un climat de montagne en Europe occidentale et septentrionale et [-10/-25°C] pour un environnement très sévère en climat continental où la phase de gel persiste.

Enfin, une analyse d'images et une caractérisation des indicateurs de durabilité après exposition aux 56 cycles de [+20/-20 °C] ont permis de mettre en évidence la sévérité des conditions dans les méthodes d'essais actuels. Nous avons également montré que la dégradation du béton par 56 cycles de [+20/-20°C] a été accompagnée d'une augmentation de la profondeur de diffusion des ions chlorures ainsi qu'une augmentation importante de la perméabilité du matériau suite à l'ouverture des fissures et des pores capillaires. Ainsi il s'avère que l'écaillage est associé à une dégradation interne du matériau qui n'est pas toujours détectée par les méthodes normatives traditionnelles (méthode ultrasonique et fréquence de résonance).

Nous en avons conclu que le cycle [+20/-20°C] est loin d'être représentatif des conditions réelles de gel-dégel que le béton pourrait subir même dans les conditions de climat sévère.

L'analyse critique ainsi établie, l'apport essentiel de cette étude réside dans la proposition d'un cycle pertinent qui a été avancé sur la base des conditions climatiques de gel-dégel observées dans les pays à climat modéré et sévère.

Cet état de fait nous a ramené à proposer le $[+5/-15^{\circ}C]$ comme cycle alternatif caractérisé par une amplitude totale de 20°C au lieu de 40°C et une vitesse de gel ne dépassant pas 2°C/h. Les paramètres de ce cycle ont permis d'assurer un fonctionnement optimal de l'enceinte climatique. Ceci s'est traduit par une distribution de température homogène dans les différentes positions de celle-ci, contrairement à ce qui a été le cas avec le $[+20/-20^{\circ}C]$. Ceci a été vérifié dans plusieurs enceintes climatiques, de puissances et de modèles différents, dans le cadre d'un essai d'intercomparaison réalisé à l'échelle Européenne. La dispersion inter-laboratoires a été réduite dans le cas des essais réalisés avec le $[+5/-15^{\circ}C]$, ce qui est un paramètre important.

Une étude de cas d'une formulation de béton résistante au gel en présence de sels de déverglaçage a permis de montrer l'effet de la nature du liant sur la résistance du béton exposé au gel-dégel, en présence des sels de déverglaçage. Un mécanisme chimique qui favorise la dégradation du béton par écaillage a été mis en lumière lié à la cristallisation des sels de Friedel et d'ettringite au niveau de la surface exposée.

Finalement, la méthode d'émission acoustique a été appliquée sur une éprouvette de béton exposée aux cycles de gel-dégel. Les principales dégradations ont été détectées dans la matrice (pâte et/ou

auréole de transition pâte/granulat), ce qui était attendu, vu que les granulats utilisés dans la formulation du béton étudiée étaient résistants au gel. Une classification des types fissures générées a été effectuée et a montré que celles-ci sont principalement dues à des contraintes de traction développées dans le matériau. Ces efforts de traction peuvent être liés d'une part, aux effets de pressions expansives qui accompagnent la transformation de l'eau en glace, d'autre part, aux pressions de cristallisation exercées par les sels formés au cours des cycles de gel-dégel.

Perspectives

Pour tenir du vieillissement du béton en « conditions réelles » une phase de carbonatation accélérée a été ajoutée pendant la période de conservation des éprouvettes précédant les cycles de gel-dégel. Aucun effet (positif ou négatif) de l'intégration de cette phase sur la résistance du béton à l'écaillage n'a été identifié. Ceci a été lié à la courte phase de carbonatation intégrée, mais aussi à la dispersion des conditions thermiques dans l'enceinte détectée au cours des cycles de gel-dégel. Toutefois, la carbonatation des surfaces d'essai modifie la composition de celles-ci, un contrôle des périodes de cure est donc nécessaire. Pour une analyse plus fine, au cas où la régulation du taux de CO₂ dans les salles de conservation n'est pas possible, une cure dans une enceinte climatique pourrait être une solution pour rendre homogènes les conditions dans les laboratoires pratiquant les essais d'écaillage, notamment dans le cas où l'activité humaine varie pendant la journée.

D'autres pistes demeurent essentielles et méritent d'être exploitées pour une meilleure exploitation des essais de gel-dégel :

- Une application du cycle [+5/-15°C] sur différentes formulations de béton, dont les performances sur site sont connues, est nécessaire pour vérifier la corrélation des résultats de l'essai du laboratoire et les performances sur site. Ce paramètre fut absent dans le cas des essais normatifs avec le [+20/-20°C].
- Un seuil d'écaillage devrait être défini de façon que la limite de spécification soit corrélée aux performances réelles.
- Des essais inter-laboratoires à plus grande échelle devraient être réalisés en incluant au moins huit laboratoires. La confection du béton doit être la plus homogène possible (à partir d'une seule gâchée). Une évaluation de la fiabilité de l'essai pourra être ainsi réalisée en appliquant la méthode ISO 5725-2 et en comparant les données obtenues avec le cycle normatif [+20/-20°C] et le cycle proposé [+5/-15°C].
- La méthode d'essai appliquée dans le cadre d'un essai d'évaluation des performances doit être simple et réalisable. L'essai devrait être appliqué non seulement dans les laboratoires de recherche avancés et bien équipés, mais aussi dans les laboratoires d'essais techniques. Une première vérification a été réalisée dans le cadre de cette thèse en appliquant le cycle

dans quatre enceintes à puissances et modèles différents. Il reste à vérifier ceci en impliquant un nombre plus grand de laboratoires.

Ces critères permettront de faire évoluer l'essai normatif d'évaluation de la résistance du béton à l'écaillage qui, par son manque de fiabilité actuel, ne peut pas être considéré comme un essai de performances mais plutôt un essai crible.

D'autre part, un mécanisme chimique favorisant la dégradation par écaillage a été mis en évidence et mérite d'être plus exploité. D'abord, il sera intéressant de comparer la résistance à l'écaillage d'une même formulation de béton quand elle est exposée à une série de cycles [+20/-15°C] et des cycles [+5/-15°C]. Ceci permettra de vérifier l'effet de la variation du produit de solubilité des aluminates hydratés en fonction de la température de dégel sur l'écaillage du béton.

De plus, il paraît intéressant de tester plusieurs formulations de béton de même composition en variant, d'une formulation à l'autre, la teneur en C₃A du clinker uniquement. La formulation de béton à base de ciment CEM I SR3 testée dans cette thèse peut être considérée en comparant ses résultats à ceux de trois autres formulations de même rapport E/C et même teneur en air, tout en variant uniquement la teneur en C₃A dans le ciment. Ceci peut se faire en testant trois formulations dont une première est à base de ciment CEM I non-SR à forte teneur en C₃A, une deuxième à base de ciment CEM I SR5 (4 à 4,5% en C₃A) et une troisième à base de ciment CEM I SR0). Les résultats de cette étude aideront à optimiser la conception des formulations de béton résistantes au gel, en présence de sels de déverglaçage.

D'ailleurs, en vue de la forte dépendance des mécanismes favorisant l'écaillage de la température, notamment les mécanismes chimiques mis en lumière, une simulation d'une saison complète serait intéressante. Ceci consiste à exposer le béton à une période de gel-dégel représentant l'entrée de la saison hivernale, suivie d'une phase de gel au cours de laquelle la température ne dépasse pas 0°C, ensuite une phase de gel-dégel représentant la sortie de l'hiver et finalement une phase de dégel représentant la période de printemps ou début de l'été, au cours de laquelle la température demeure au niveau de 20°C. Pour les fluctuations thermiques, une amplitude de 20°C pourrait être considérée étant représentative des conditions réelles. Ceci pourrait être fait en imposant une série de cycles de [+5/-15°C] suivis d'une phase de cycles de gel fluctuant entre -15°C et -5°C et finalement une sortie d'hiver se traduisant par des cycles gel-dégel de [+5/-15°C]. Ce scénario est

représentatif d'une saison hivernale dans une région à climat sévère de l'Europe (cas des pays nordiques par exemple).

Une intégration des phases d'humidification-séchage au cours de l'essai pourrait être également une piste de recherche, étant donné qu'en réalité ceci présente des effets considérables sur la microstructure du béton testé au cours de son exposition aux différentes saisons.

Finalement, sur le plan des travaux de modélisation numérique, deux modèles ont été développées dans cette thèse. En couplant les deux modèles, l'approche multi-échelles et le modèle thermique complet, nous serions en mesure de fournir un outil utile aux ingénieurs pour prédire les déformations des ouvrages en béton dans des conditions d'exposition réelles.

Références

- Pigeon, M. and Regourd, M., Effects of Freeze-Thaw Cycles on the Microstructure of Hydration Products., in *Durability of building materials*, 4, 1986, pp 1–19.
- Müller, A., Fuhr, C., and Knöfel, D., 1995. Frost resistance of cement mortars with different lime contents Cement and Concrete Research 25:809–818, DOI: 10.1016/0008-8846(95)00071.
- [3] Girodet, C., Endommagement des mortiers sous sollicitations thermo-mécaniques : Influence des caractéristiques des matériaux sur la résistance au gel interne, Thèse de doctorat, Institut National des sciences appliquées de Lyon, 1996.
- [4] Valenza, J. J. and Scherer, G. W., 2007. A review of salt scaling: I. Phenomenology *Cement and Concrete Research* 37:1007–1021, https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.03.005.
- [5] Valenza, J. J. and Scherer, G. W., 2007. A review of salt scaling: II. Mechanisms *Cement and Concrete Research* 37:1022–1034, https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.03.003
- [6] Powers, T., The air requirement of frost resistant concrete, in *Proceedings of the Twenty-Ninth Annual Meeting of the Highway Research Board*, 1949, pp 184–211.
- [7] Zeng, Q., 2011. Poromechanical behavior of cement-based materials subjected to freeze-thaw actions with salts: modeling and experiments, Thèse de doctorat, Université Paris-Est.
- [8] Powers, T. C. and Helmut, R. A., 1953. Theory of Volume Changes in Hardened Portland Cement Paste During Freezing *Proceedings of the Highway Research Board* 32:285–297.
- [9] Scherer, G. W., 1999. Crystallization in pores *Cement and Concrete Research* 29:1347–1358, https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00002-2.
- [10] Valenza, J.J., Scherer, G. W., 2005. Mechanisms of salt scaling *Materials and Structures* 38:479–488, DOI: 10.1617/14345
- Setzer, M. J., 2001. Micro-ice-lens formation in porous solid *Journal of Colloid and Interface Science* 243:193–201.

- [12] ROSLI, A. and HARNIK, A. B., 1980. Improving the Durability of Concrete to Freezing and Deicing Salts. Durability of Building Materials and Components-ASTM Special Technical Publication:464–473.
- [13] Ye, T., Suo, Z., and Evans, T., 1992. Thin film cracking and the roles of substrate and interface International Journal of Solid Structures 29:2639–2648.
- [14] Verbeck, G. . and Klieger, P. ., 1957. Studies of Salt Scaling of Concrete Highway Research Board Bulletin:1–17.
- [15] Sellevold, E. J. and Farstad, T., Frost/Salt-testing of concrete: Effect of Test Parameters and Concrete Moisture History, in *Nordic concrete research*, 1991, :121–138.
- [16] Lindmark, S., Mechanisms of Salt Frost Scaling on Portland Cement-bound Materials: Studies and Hypothesis, PhD Thesis, Lund Institute ofTechnology, Division of Builiding Materials, Lund, Sweden, 1998.
- [17] Marchand, J., Contribution a l'etude de la deterioration par ecaillage du beton en presence de sels fondants, Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1993.
- [18] Valenza, J. J. and Scherer, G. W., 2006. Mechanism for Salt Scaling *Journal of the American Ceramic Society* 89:1161–1179, DOI: 10.1111/j.1551-2916.2006.00913.
- [19] Valenza, J. J. and Scherer, G. W., 2007. Mechanism for salt scaling of a cementitious surface *Materials and Structures/Materiaux et Constructions* 40:259–268, DOI: 10.1617/s11527-006-9104-1.
- [20] Fagerlund, G., Studies of the destruction mechanisms at freezing of po- rous materials, in *The 6th International congress on problem raised by frost action - Fondation Française d'Etudes nordiques.*, 1975.
- [21] VERNET C., Évolution de la microstructure des bétons au cours du test ASTM de gel-dégel, in *8e Congrès international de la chimie des ciments, Rio de Ja- neiro*, 1986, :121-127.
- [22] Xuan, D. T. T., Etude expérimentale et numérique de l'approche physico-chimique pour le matériau hétérogène : Application au matériau cimentaire soumis au dioxyde de carbone (CO2). Thèse de doctorat, Université d'Evry Val d'Essonne, 2012.
- [23] Taylor, H. F. W., *Cement chemistry*. Thomas Telford Publishing, 1997.

- [24] Glasser, F. P., Pedersen, J., Goldthorpe, K., and Atkins, M., 2005. Solubility reactions of cement components with NaCl solutions: I. Ca(OH)2 and C-S-H *Advances in Cement Research* 17:57–64.
- [25] Peycelon, H., Blanc, C., and Mazouin, C., Influence of temperature and cement binders on the degradation (decalcification/hydrolysis) in saturated conditions, in *REGC Concrete Behaviour Assessment.*, 2006.
- [26] Johnston, J. and Grove, C., 1931. THE SOLUBILITY OF CALCIUM HYDROXIDE IN AQUEOUS SALT SOLUTIONS Journal of the American Chemical Society 53:3976–3991, https://doi.org/10.1021/ja01362a009.
- [27] Saillio, M., Interactions physico-chimiques ions-matrice dans les bétons sains ou carbonatés : influence sur le transport ionique, Thèse de doctorat, Université Paris-Est-Marne-La-Vallée, 2012.
- [28] Ramachandran, V. S., Seeley, R. C., and Polomark, G. M., 1984. Free and combined chloride in hydrating cement and cement components *Matériaux et Construction volume* 17:285–289.
- [29] Ghazy, A., Concrete pavements: deterioration due to de-icing salts and repair, PhD Thesis, University of Manitoba, 2017.
- [30] Valenza, J. J. and Scherer, G. W., 2005. Mechanisms of salt scaling *Materials and Structures* 38:479–488, DOI: 10.1617/14345.
- [31] Marchand, J., Pleau, R., and Gagné, R., *Deterioration of concrete due to freezing and thawing*, Am. Ceram. Westerville, OH, 1995.
- [32] Farnam, Y., Bentz, D., Hampton, A., and Weiss, W. J., 2014. Acoustic emission and low-temperature calorimetry study of freeze and thaw behavior in cementitious materials exposed to sodium chloride salt *Transportation Research Record: Journal of teh transportation Research Broard* 2441:81–90.
- [33] Marchand, J., Pigeon, M., Résistance du béton à l'écaillage dû au gel en présence de sels fondants Une revue des récents développements dans le domaine, in *Conférence RILEM : Béton - Du matériau à la structure*, 1996, :179–2010.
- [34] Scherer, G. W. and Valenza, J. J. I., Mechanisms of Frost Damage, in *International RILEM Symposium on Concrete Science and Engineering: A Tribute to Arnon Bentur*, 2004, :1–41.
- [35] Weeks, W., 1962. Tensile strength of NaCl Ice *Glaciology* 4:25–52.

- [36] Çopuroğlu, O. and Schlangen, E., 2008. Modeling of frost salt scaling *Cement and Concrete Research* 38:27–39, DOI: 10.1016/j.cemconres.2007.09.003.
- [37] Coussy, O., 2005. Poromechanics of drying and freezing cement-based materials *Revue Européenne de Génie Civil* 9:725–746.
- [38] Coussy, O., Dangla, P., Lassabatère, T., and Baroghel-Bouny, V., 2004. The equivalent pore pressure and the swelling and shrinkage of cement-based materials *Materials and Structures* 37:15–20, DOI: 10.1007/BF02481623.
- [39] Coussy, O. and Monteiro, P. J. M., 2009. Errata to "Poroelastic model for concrete exposed to freezing temperatures" [Cement and Concrete Research 38 (2008) 40-48] (DOI:10.1016/j.cemconres.2007.06.006) *Cement and Concrete Research* 39:371–372.
- [40] Fabbri, A., Coussy, O., Fen-Chong, T., and Monteiro, P. J., 2008. Are Deicing Salts Necessary to Promote Scaling in Concrete? *Journal of Engineering Mechanics* 134:589–598, DOI: 10.1061/(asce)0733-9399(2008)134:7(589).
- [41] Fabbri, A., Physico-mécanique des matériaux cimentaires soumis au gel-dégel, Thèse de doctorat, Université de Marne-la-Vallée, 2006.
- [42] Grondin, F. A., 2006. Modélisation multi-échelles du comportement thermo-hydro-mécanique des matériaux hétérogènes. Applications aux matériaux cimentaires sous sollicitations sévères, Thèse de doctorat, Université Paris 6.
- [43] Liu, L. *et al.*, 2011. Modeling of the internal damage of saturated cement paste due to ice crystallization pressure during freezing *Cement and Concrete Composites* 33:562–571, DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2011.03.001
- [44] Grondin, F., 2019. Review on the modelling methods for the frost action characterization in cementitious materials at different scales *AIMS Materials Science* 6:884–899, DOI: 10.3934/matersci.2019.6.884.
- [45] Si, Z., Du, X., Huang, L., and Li, Y., 2020. Meso-scale failure of freezing-thawing damage of concrete under uniaxial compression *Applied Sciences (Switzerland)* 10.
- [46] Jin, S., Zheng, G., and Yu, J., 2020. A micro freeze-thaw damage model of concrete with fractal dimension

Construction and Building Materials 257:119434.

- [47] RHARDANE, A., GRONDIN, F., and ALAM, S. ., 2020. Development of a micro-mechanical model for the determination of damage properties of cement pastes *Construction and Building Material*, https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120514.
- [48] Rhardane, A., Al Haj Sleiman, S., Alam, S. Y., and Grondin, F., 2021. A quantitative assessment of the parameters involved in the freeze-thaw damage of cement-based materials through numerical modelling *Construction and Building Materials* 272:121838, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2020.121838.
- [49] Al, S., Sleiman, H., Rhardane, A., Yasir, S., Loukili, A., and Izoret, L., 2022. A numerical microscopically informed upscale approach for analyzing the reliability of testing method for concrete resistance to freezethaw, *Construction and Building Materials* 317:125772, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2021.125772
- [50] CEN/TC51 Cement and building limes technical committee (2015) Fpr CEN/TS 12390–9:2015-testing hardened concrete — Part 9: freeze-thaw resistance - Scaling -Complementary element.
- [51] AFNOR, NF XP P18-420 AFNOR Béton : Essai d'écaillage des surfaces de béton durci exposées au gel en présence d'une solution saline.
- [52] Bureau de Normalisation du Québec, NQ 2621_900 Determination of the scaling resistance of concrete surfaces exposed to freezing-and-thawing cycles in the presence of de-icing chemicals, Annexe A, 2002.
- [53] ASTM, ASTM C672 / C672M-12, Standard Test Method for Scaling Resistance of Concrete Surfaces Exposed to Deicing Chemicals, West Conshohocken, 2012.
- [54] Norme Suisse, SIA 262/1:2019 Construction en béton Spécifications complémentaires, Zurich, 2019.
- [55] Izoret, L., Al Haj Sleiman, S., Matoiri-Chaibati, N., and Grondin, F., 2021. Concrete in a severe freezing environment: a meteorological characterization *Materials and Structures* 54:36, https://doi.org/10.1617/s11527-020-01603-8.
- [56] Bouteille, S., 2013. Outils de caractérisation et analyse du comportement des matériaux cimentaires soumis à des cycles de gel-dégel en présence de sels, Thèse de doctorat, Université PARIS-EST.
- [57] Studer, W., Internal comparative tests on frost deicing salt resistance, in *International workshop on the resistance of concrete to scaling due to freezing in the presence of deicing salts*, 1993, pp 175–187.

- [58] Jacobsen, S., Scaling and craking in unsealed freeze/thaw testing of Portland cement and silica fume concretes, PhD Thesis, University of Trondheim, Trondheim, Norway, 1995.
- [59] Jacobsen, S., Sœther, D. H., and Sellevold, E. J., 1997. Frost testing of high strength concrete: Frost/salt scaling at different cooling rates *Materials and Structures/Materiaux et Constructions* 30:33–42.
- [60] Pigeon, M.; Gagné, R.; Foy, C., 1987. Critical air void spacing factor for low water-cement ratio concretes with and without condensed silica fume. *Cem. Concr. Res.* 17:896–906.
- [61] Bager, D. H. and Sellevold, E. J., 1986. Ice formation in hardened cement paste, Part I room temperature cured pastes with variable moisture contents *Cement and Concrete Research* 16:709–720.
- [62] Muller, C., Results of the Laboratory Freeze-Thaw Tests and their Transferability to Practical Conditions, in *Freeze-Thaw testing of concrete-Input to revision of CEN Test Methods*. WORKSHOP PROCEEDING FROM A NORDIC MINISEMINAR, 2010, :95.
- [63] Fagerlund, G., Frost resistance of high performance concrete-some theoretical considerations, in A contribution to RILEM-3C-Workshop "Durability of high performance concrete", Wien 14th-15th February, 1994-TVBM - 3056, 1993, :38.
- [64] Pigeon, M., Marchand, J., and Pleau, R., 1996. Frost resistant concrete Construction and Building Materials 10:339–348.
- [65] Siebel T, Reschke E (1997) Three different methods for testing the freeze-thaw resistance of concrete with and without deicing salt - European round robin test. In: Rilem proceedings 30 Freeze-Thaw Durability of Concrete, pp. 231–246.
- [66] Siebel, E., Results of an European Round Robin Test Standard Methods for Testing the Resistance of Concrete to Freezing and Thawing, pp 85-92.
- [67] Giergiczny, Z. and Boos, P., 2010. Testing the frost resistance of concrete with different cement types experience from laboratory and practice *Architecture Civil Engineering Environment* 3:41–51.
- [68] Setzer, M. J. and Auberg., R., Testing of Freeze Thaw and Deicing Salt Resistance., in CBP Second International Workshop, 1994, pp 76–88.
- [69] Utgenannt, P., Influence of carbonation on the scaling resistance of OPC concrete, in *Rilem Workshop on*

frost damage in concrete, pp 104–114.

- [70] Petersson, P.-E., Scaling resistance of concrete field exposure, in *Frost Resistance of Building Materials: Proceedings of the 2nd Nordic Research Seminar*, 1996, pp 11–38.
- [71] Rönning, T. F., Field performance versus Laboratory testing of freeze-thaw: various cement and concrete qualities, in *Workshop proceeding no. 8: Nordic miniseminar Hirtshals: Input to revision of EN206-1*, 2008, pp 153–179.
- [72] Utgenannt, P., Salt-frost resistance of concrete in highway environment, in *Proceedings of the 3rd Nordic* Research Seminar in Lund on Frost Resistance of Building Materials, 1999, pp 137–145.
- [73] Pigeon, M., Microstructure et résistance au gel des ciments et bétons, Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, France, 1984.
- [74] Utgenannt, P., The influence of ageing on the salt-frost resistance of concrete, PhD Thesis, Lund University, Division of Building Materials, 2004.
- [75] Kaufmann, J. P., 2004. Experimental identification of ice formation in small concrete pores Cement and Concrete Research 34:1421–1427, DOI: 10.1016/j.cemconres.2004.01.022.
- [76] Harrison, T., Equivalent durability concept, in *Input to revision of EN 206-1 Workshop Proceeding from a* Nordic miniseminar, pp 1–13.
- [77] BRITE Project Report, 1992.
- [78] Izoret, L., Mécanismes de dégradation du béton soumis au gel en présence, ou non, de sels de déverglaçage., in *Durabilité du béton soumis au gel. ANNALES DE L'ITBTP*, 1991, pp 75–87.
- [79] Siebel, E. and Reschke, T., First European round robin test Freeze-thaw resistance of concrete with and without de-icing salt, Düsseldorf, 1993.
- [80] Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, *Recommandations pour la durabilité des bétons durcis soumis au gel-Guide Technique*, 2003.
- [81] AFNOR, NF XP P18-459 AFNOR Béton : Essai pour béton durci Essai de porosité et de masse volumique.
 2010.

- [82] AFNOR NF XP P18-463 AFNOR Béton : Essai de perméabilité aux gaz sur béton durci, 2011.
- [83] Baroghel-Bouny, V. *et al.*, 2004. Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages.
 Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali réaction pp 30–41.
- [84] AFNOR, NF XP P18-462 AFNOR Béton : Essai accéléré de migration des ions chlorure en régime nonstationnaire. .
- [85] ASTM C 457/C 457M-12, 2013. Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete 1 ASTM International pp 1–15.
- [86] Ifsttar, Guide Auscultation Ouvrage Art-Cahier Interactif-Fiche A pp 1-6, 2015.
- [87] Ronning F., T., 2001. Freeze-Thaw Resistance of Concrete Effect of : Curing Conditions, Moisture Exchange and Materials, PhD Thesis, The Norwegian Institute of Technology, Division of Structural Engineering, Concrete Section.
- [88] Krawczak, P. and Chaki, S., Diagnostiquer les composites, de la peau au cœur, https://www.industrietechno.com
- [89] Rhardane, A., 2018. Élaboration D'Une Approche Micromécanique Pour Modéliser L'Endommagement Des Matériaux Cimentaires Sous Fluage Et Cycles De Gel-Dégel, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes.
- [90] Casbonne-Renaud, F., Comportement aux cycles gel-dégel des bétons de granulats calcaires, Thèse de doctorat, Université de Nancy, 1998.
- [91] Girboveanu, A., Jebli, M., Jamin, F., Huon, V., El Youssoufi, M. S., and Georgescu, D. P., 2021. Experimental study of the chemo-mechanical properties of the interfacial transition zone of concrete *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* 664.
- [92] Gong, F., Zhang, D., Sicat, E., and Ueda, T., 2014. Empirical estimation of pore size distribution in cement, mortar, and concrete *Journal of Materials in Civil Engineering* 26:1–11.
- [93] Zeng, Q., 2015. Discussion of "Empirical estimation of pore size distribution in cement, mortar, and concrete" by Fuyuan Gong, Dawei Zhang, Evdon Sicat, and Tamon Ueda *Journal of Materials in Civil Engineering* 27:1–3.

- [94] Xi, Y., Bažant, Z. P., and Jennings, H. M., 1994. Moisture diffusion in cementitious materials Adsorption isotherms Advanced Cement Based Materials 1:248–257.
- [95] Charras, T. and Di Paola, F., Utilisez Cast3M, La procédure PASAPAS, 2011, www-cast3m.cea.fr
- [96] Fichant, S., Pijauder-Cabot, G., and La Borderie, C., 1997. Continuum damage modelling: Approximation of crack induced anisotropy *Mechanics Research Communications* 24:109–114.
- [97] Fichant, H., Borderie, C. La, and R, G. P., 1999. Isotropic and anisotropic descriptions of damage in concrete structures 359:339–359.
- [98] Beaudoin, J. J. and MacInnis, C., 1974. The mechanism of frost damage in hardened cement paste *Cement* and *Concrete Research* 4:139–147.
- [99] Zeng, Q., Fen-Chong, T., and Li, K., 2014. Freezing behavior of cement pastes saturated with NaCl solution Construction and Building Materials 59:99–110.
- [100] Moujaned, G., 2002. Exploitation du nouveau modèle Béton numérique dans symphonie: Concept, homogénéisation du comportement thermomécanique des BHP et simulation de l'endommagement thermqiue, Centre Scientifique et Technique du Bâtiment.
- [101] Grondin, F., Dumontet, H., Ben Hamida, A., Mounajed, G., and Boussa, H., 2007. Multi-scales modelling for the behaviour of damaged concrete *Cement and Concrete Research* 37:1453–1462, DOI: 10.1016/j.cemconres.2007.05.012.
- [102] Guo, M., Grondin, F., and Loukili, A., 2019. Numerical method to model the creep of recycled aggregate concrete by considering the old attached mortar *Cement and Concrete Research* 118:14–24, DOI: 10.1016/j.cemconres.2019.01.008.
- [103] Gusev, A. A., 1997. Representative volume element size for elastic composites: A numerical study *Journal* of the Mechanics and Physics of Solids 45:1449–1459.
- [104] Marquardt, D. W., 1963. An algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters J. thr Soc. Ind. Appl. Math. 11:431–441.
- [105] M. I. a Lourakis, 2005. A Brief Description of the Levenberg-Marquardt Algorithm Implemented by levmar Matrix 3:2.

- [106] Hall, M., Dehdezi, P., Dawson, A., Grenfell, J., and Izola, R., 2012. Influence of the thermo-physical properties of pavement materials on the evolution of temperature depth profiles in different cliamtic regions. *Journal of Materials in Civil Engineering* 24:32–47.
- [107] Qin, Y. and Hiller, J. E., 2013. Ways of formulating wind speed in heat convection significantly influencing pavement temperature prediction *Heat and Mass Transfer/Waerme- und Stoffuebertragung* 49:745–752.
- [108] Smith, J. O., Determination of the convective heat transfer coefficients from the surfaces of buildings within urban street canyons, PhD Thesis, University of Bath, 2010.
- [109] Qin, Y. and Hiller, J. E., 2011. Modeling temperature distribution in rigid pavement slabs: Impact of air temperature *Construction and Building Materials* 25:3753–3761, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2011.04.015.
- [110] Zhang, K., Mcdowell, T. P., and Kummert, M., Sky Temperature Estimation and Measurement for Longwave Radiation Calculation, San Francisco, Ca, USA, 2017.
- [111] Lienhard IV, J. H. and Lienhard V, J. H., A HEAT TRANSFER TEXTBOOK, fourth edition, Fourth Edi. Cambridge: PHLOGISTON PRESS, 2017.
- [112] Le Touz, N., Conception et étude d'infrastructures de transports à énergie positive : de la modélisation thermomécanique à l'optimisation de tels systèmes énergétiques, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes, 2018.
- [113] Bokor, B., Kajtár, L., and Eryener, D., 2017. Nocturnal Radiation: New Opportunity in Building Cooling Energy Procedia 112:118–125.
- [114] Berdhal, P. and Fromberg, R., An Empirical Method for Estimating the Thermal Radiance of Clear Skies, 2012.
- [115] Tang, R., Etzion, Y., and Meir, I. A., 2004. Estimates of clear night sky emissivity in the Negev Highlands Energy conversion and Management 45:1831–1843.
- [116] Lawrence, M. G., 2005. The relationship between relative humidity and the dewpoint temperature in moist air: A simple conversion and applications *Bulletin of the American Meteorological Society* 86:225–233.
- [117] Utgenannt, P., Built Environment Rise Cbi Swedish Cement and Concrete. 2018.

- [118] Utgenannt, P., The influence of ageing on the salt-frost resistance of concrete, PhD Thesis, Lund University Sweden, 2004.
- [119] Ronning, F., T., Field Performnace versus Laboratory Testing of Freese-Thaw: Various Cement and Concrete Qualities, in *Input to revision of EN 206-1 Workshop Proceeding from a Nordic miniseminar*, pp 153–179.
- [120] Morandeau, A., Morandeau, A., and Morandeau, A., 2014. Carbonatation atmosphérique des systèmes cimentaires a faible teneur en portlandite, Thèse de doctorat, Université Paris-Est.
- [121] Plummer, L. N. and Busenberg, E., 1982. The solubilities of calcite, aragonite and vaterite in CO2-H2O solutions between 0 and 90°C, and an evaluation of the aqueous model for the system CaCO3-CO2-H2O *Geochimica et Cosmochimica Acta* 46:1011–1040.
- [122] Marchand, J., Sellevold, E.J., Pigeon, M., 1994. Deicer salt scaling deterioration of concrete--An overview ACI Special Publication SP 145:1–46.
- [123] Marchand, J.; Sellevold, E.J.; Pigeon, M., The Deicer Salt Scaling Deterioration of Concrete An Overview, in 3rd. International Conference on Durability of Concrete, 1994, pp 1–46.
- [124] Stark, J, Ludwig, H.-M., Freeze-deicing salt resistance of concretes containing cement rich in slag, in *Frost Resistance of Concrete-International RILEM Workshop*, 1997, pp 123–138.
- [125] Zhang, D. and Shao, Y., 2018. Surface scaling of CO2-cured concrete exposed to freeze-thaw cycles Journal of CO2 Utilization 27:137–144.
- [126] W. M., Haynes, David, R. Lide, Thomas, J. B., Handbook of chemsitry and physics, 95th ed. CRC Press, 2014.
- [127] Luo, Q., Liu, D. X., Qiao, P., Feng, Q. G., and Sun, L. Z., 2018. Microstructural damage characterization of concrete under freeze-thaw action *International Journal of Damage Mechanics* 27:1551–1568.
- [128] Kuosa, H., Vesikari, E., Holt, E., and Leivo, M., Field and laboratory testing and service life modelling in Finland, in *Input to revision of EN 206-1 Workshop Proceeding from a Nordic miniseminar*, :181–208.
- [129] Morabito P., Thermal properties of concrete variation with temperature and during the hydration phase, Milan, Italy, 2001.

- [130] Chaix, C., Winter climatology of alpine districts. Thèse de doctorat, Université de Savoie. Chambery, France, 2007.
- [131] Morin, T., Follow up of seasonal frost in the French Alps. MSc (in French), 2013.
- [132] Feuillet, Y., Periglacial forms in French pyrennees: spatial and chronological analysis and valuation, Thèse de doctorat, Université de Nantes, France, 2010.
- [133] Kaufmann, J. P., Experimental identification of damage mechanisms in cementitious porous material on phase transition of pore solution under frost deicing salt attack" - PhD Thesis n°2037, EPF Lausanne, Switzerland, 1999.
- [134] Parker, D. S., Sherwin, J. R., and Hermelink, A. H., 2008. NightCool : A Nocturnal Radiation Cooling Concept Description of the NightCool Concept ACEEE Summer Study on Energy Efficiency in Buildings:209–222.
- [135] Cusson, D., Qian, S Hoogevenn, T., 2006. Field performance of concrete repair systems on highway bridge ACI Material journal 103:366–373.
- [136] Janssen, D. J., Requirements for a test of frost resistance of concrete, in *International RILEM Workshop* on *Frost Resistance of Concrete*, 2002, pp 277–286.
- [137] Al Haj Sleiman, S., Izoret, L., Alam, S. Y., Grondin, F., and Loukili, A., 2022. Freeze–thaw field exposure and testing the reliability of performance test temperature cycle for concrete scaling in presence of de-icing salts *Materials and Structures* 55:1–14, https://doi.org/10.1617/s11527-021-01831-6.
- [138] ASTM C457/C 457M-12, 2013. Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete ASTM International pp 1–15.
- [139] Haynes, W. M. and Lide, D. R., Handbook of Chemistry and Physics, 92nd ed. CRC Press, 2011.
- [140] Igarashi, H., Akimoto, T., Hatori, D., Kato, S., Sakakibara, H., and Kimura, M., 2019. The effects of an air conditioning system using the coanda effect on an indoor office environment *E3S Web of Conferences* 111.
- [141] Perkins, R. B. and Palmer, C. D., 1999. Solubility of ettringite at 5-75°C Geochimica et Cosmochimica Acta 63:1969–1980.

- [142] Matschei, T., Lothenbach, B., and Glasser, F. P., 2007. Thermodynamic properties of Portland cement hydrates in the system CaO-Al2O3-SiO2- CaSO4-CaCO3-H2O *Cement and Concrete Research* 37:1379 – 1410, DOI: 10.1016/j.cemconres.2007.06.002
- [143] ADENOT, F., Durabilité des bétons : caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du ciment., Thèse de doctorat, Université d'Orléans, 1992.
- [144] Damidot, D. and Glasser, F. P., 1992. Thermodynamic investigation of the CaO-Al2O3-CaSO4-H2O system at 50°C and 85°C *Cement and Concrete Research*, 22:1179 – 1191, https://doi.org/10.1016/0008-8846(92)90047-Y.
- [145] Warren, C. J. and Reardon, E. J., 1994. The solubility of ettringite at 25°C Cement and Concrete Research 24:1515–1524, https://doi.org/10.1016/0008-8846(94)90166-X.
- [146] AFNOR, Norme NF ISO 5725-2: Exactitude des résultats et méthodes de mesure, 2017.
- [147] Farnam, Y., Bentz, D., Sakulich, A., Flynn, D., and Weiss, J., 2014. Measuring Freeze and Thaw Damage in Mortars Containing Deicing Salt Using a Low-Temperature Longitudinal Guarded Comparative Calorimeter and Acoustic Emission Advances in Civil Engineering Materials 3:20130095.
- [148] E.N. Landis and Baillon, L., 2002. Experiments to relate acoustic emission energy to fracture energy of concrete J. Eng. Mech. 128:698–702.
- [149] M. Pour-Ghaz, Detecting Damage in Concrete Using Electrical Methods and Assessing Moisture Movement in Cracked Concrete, PhD Thesis, Purdue University, 2011.
- [150] Shields, Y., Garboczi, E., Weiss, J., and Farnam, Y., 2018. Freeze-thaw crack determination in cementitious materials using 3D X-ray computed tomography and acoustic emission *Cement and Concrete Composites* 89:120–129.
- [151] Bager, D.H., Jacobsen, S., A Model for the Destructive Mechanism in Concrete caused by Freeze-thaw Action, in *RILEM Proceedings PRO 25 Freeze-thaw Damage in Concrete*, 2002.
- [152] Saliba, J., Apport de l'émission acoustique dans la compréhension et la modélisation du couplage fluageendommagement du béton., Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes, 2012.
- [153] Farnam, Y., Geiker, M. R., Bentz, D., and Weiss, J., 2015. Acoustic emission waveform characterization

of crack origin and mode in fractured and ASR damaged concrete *Cement and Concrete Composites* 60:135–145, https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.04.008

- [154] Industries, F. of C. M., JCMS-III Monitoring method for active cracks in concrete by acoustic emission, Japan, 2003.
- [155] Ohtsu, M. et al., 2010. Recommendation of RILEM TC 212-ACD: Acoustic emission and related NDE techniques for crack detection and damage evaluation in concrete: Test method for classification of active cracks in concrete structures by acoustic emission *Materials and Structures/Materiaux et Constructions* 43:1187–1189.
- [156] Watanabe, T., Nishibata, S., Hashimoto, C., and Ohtsu, M., 2007. Compressive failure in concrete of recycled aggregate by acoustic emission *Construction and Building Materials* 21:470–476.
- [157] Ohno K, O. M., Comparison of crack classification in concrete by parameter analysis and SiGMA in acoustic emission, in *Proc. structural faults and repair 12th international conference and exhibition*, 2008.
- [158] Thai Quang, N., Dangla, P., and Baroghel-Bouny, V., 2014. Approche multi-échelles pour modéliser la pénétration des ions chlorure dans le béton X, pp 1–13.
- [159] Hassoune, M., Ghomari, F., Khelidj, A., Bezzar, A., and Touil, B., 2013. Influence des paramètres de composition et de cure sur la diffusivité des bétons à base de matériaux locaux *Nature and technologie* pp 2–9.

ANNEXE I

ANNEXE II

Formulations de bétons testées- RRT

Formulations	Classe	Sable [0/2]	Sable [0/4]	Gravier [4/8]	Gravier [8/16]	Gravier [16/32]	Ciment CEM II calcaire	Eau	Rapport E/C	Sika Vi 3	scocrete 08	Sika FR	O-V5-A	% Air entraîné
	u exposition	kg/m ³	kg/m ³	L/m ³		% ciment	kg/m ³	% ciment	kg/m ³	%				
Mix1- Résistant	XC4, XD1, XF4	230,21	460,42	153,47	460,42	613,89	300	150	0,5	0,4	1,2	0,15	0,45	3,5
Mix2-Non résistant	XC4, XD3, XF2	242,55	485,11	161,70	485,11	646,81	320	128	0,4	0,6	1,92	0	0	1,2

Estimations	Agrégats	Ciment	Eau	Adjvt.1	Adjvt.2	Total
Formulations	kg/m ³					
	0	8	0	8	8	0
Mix1-	1010 41	200	150	1.0	0.45	0070.04
Résistante	1918,41	300	150	1,2	0,45	2370,06
Resistance						
Mix2-Non						
récistant	2021,30	320	128	1,92	0	2471,22
Tesistant						

Table i-1 : Formulations de béton de l'essai RR du TG4.

ANNEXE III

1. Ciment CEM II/A-LL 42,5 N CE NF

1.1 Fiche technique



N	FTMO8 lise à jour : l Page	.1911 08/01/2019 1/1	Produit Usine : Car	ා: C : N ractérist	EM II/A-L Iontalieu (iques phy	L 42,5 N C 38) siques et n	E NF nécanique	·s			
		Masse Volumique (g/cm³)	Finesse Blaine (cm²/g) / Diamètre médian (µm)	Clarté L*	Demande en eau (%)	Temps de début de prise (min)	Expansion (mm)	Chaleur d'hydratation à 41h (J/g)	Résista 2j	nce en co (MPa) 7j	mpression 28j
Mo	yenne	3,07	4250 / 12,3	63,0	26,5	150	2,0	295	30	43	52
Eca	rt type		200 / 0,7		0,5	20	0,5	20	1,5	1,7	1,6
ites	CE	*	*	*		≥ 50	≤ 10	*	≥ 8	*	≥ 40
Limi	NF	•	•			≥ 60	≤ 10		≥ 10		≥ 40

	Caractérist	iques ch	imiques		et ca	Compo aractéris	osition h tiques c	iors gyj les con	ose stituan	ts
(%)	Moyenne	Ecart	Lin	nites	Constituant	Teneur		Caracté	ristiques	
		type	CE	NF		(%)		(76)	
Alcalins eq.		0.04					C₃S	C ₂ S	C ₃ A	C₄AF
actifs (Na _z O eq. actifs)	0,79	0,04	•	·	Clinker	84	58,1	16,9	7,2	10,5
50	3.04		<10	<10	Calcaire	15	٠	•	•	٠
303	3,04		54,0	≤4,0	Laitier	*	*	*	*	
CI-	0,06		≤ 0,10	≤ 0,10	Constituants Secondaires	1	•	•	•	٠

Marquage CE et Marc	ue NF-LH
Déclaration de performance / Marquage CE	N° 0333-CPR-3308
Marque NF-Liant Hydraulique	N°33.59 du 04.04.2018

Les values indiquées sont des valeurs moyennes, elles peuvent valeir légionement dans les limites autorisées par les normes. Le succis des travaux entrepris avec entent sens naturellement conditioner les parts responde des motiers et bétons Le ciment content un agent réductiour de chrome hexavatent soluble afin de satisfaire à la régionementation en vigueur. (7) désignation normalisée continnes aux momes NPE ENT 17-1 2012, NP 15-1317, NP 15-316, elle NP 15-319,

VICAT - DIRECTION COMMERCIALE CIMENT – TSA 59597 - 38306 BOURGOIN CEDEX TEL : +33 (0)4 74 18 40 00 - FAX : +33 (0)4 74 18 40 18

1.2 Caractérisation

1.2.1 Diffraction aux rayons X



CENTRE TECHNIQUE

4 RUE ARISTIDE BERGÈS F-38080 L'ISLE D'ABEAU TÉL, +33 (0)4 74 27 58 80 FAX +33 (0)4 74 27 58 95 www.sigma-beton.fr

RAPPORT D'ESSAIS SUR CIMENT

Matériaux : CEM II/A-LL 42,5N CE NF Provenance : VICAT MONTALIEU Donneur d'ordre : ATILH 2019 Chantier : DEGRADATION GEL + SEL

Date de prélèvement : 29/01/2020 Prélevé par : SIGMA Lieu de prélèvement : LABORATOIRE IDA

Numéro d'affaire : 630003922 Référence d'échantillon : 2002000021

Principe : cette analyse consiste à déterminer les différentes phases minéralogiques de l'échantillon.

Nom	Description	Résultats	Nom	Description	Résultats
C3S M1	Alite	25,1%	Quartz	Tectosilicate - silice	0,6%
C3S M3	Alite	26,0%	Arcanite	Sulfate alcalin	0,5%
C2S béta	Belite	11,8%	Aphthitalite	Sulfate alcalin	0,4%
C3A cubique	Aluminate Ca	2,7%	Syngenite	Sulfate hydraté	1,8%
C3A Orthorhombique	Aluminate Ca	0,2%	Dolomite	Carbonate Ca Mg	1,3%
C12A7	Aluminate Ca	0,6%	Gypse	Sulfate Ca hydraté	1.1%
C4AF	Ferrite	9,6%	Bassanite	Sulfate Ca (hémi hydraté)	1,1%
Chaux libre	Chaux	0,4%	Anhydrite	Sulfate Ca	0,8%
Portlandite	Chaux hydraté	0,9%	Calcite	Carbonate Ca	13,8%
Periclase	Oxyde Mg	0,5%			
	C3S total	51,1%			
	C2S total	12.5%			
	C3A total	2.9%			

Observations : -

L'Isle d'Abeau, le 25 mars 2020

Nom : L.CONTE

Fonction : Responsable laboratoire

Visa : atte



L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentiannés par le présent rapport ont été abtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la partée et les conclusions à lirer de ces résultats : m'ant pas dé demandées par le donneur d'ardre. ____ lant l'objet d'un document séparé.





L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentiannés par le présent rapport ont été abtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la portie et les canclusions à tirer de ces résultats : **and indiquées** dans le présent rapport d'essoi en opplication du teste de référence fixé par le donneur d'ordre.

2. Granulats

2.1.1 Fiches techniques



Sable 0/1 CL (713152) Article 10 Code A

Granulats pour bétons hydrauliques et mortiers

Fournisseur :		GR	ANI	JLA	TS	VICAT				Origine : SOUVIGNY	
Lieu de prélèvement :		CARR	IERE D	E SOL	JVIGNY	1				Nature pétrographique: GRANITE	
Partie normativ	/e							Eng	jage	ment du producteur pour la pèriode de juin à	novembre 2019
Tamis (mm)		f				0,2	5	D	2D		
		f	MB	FM	0,063	0,125 0,2	0 0,5) 1	2		
Valeurs limites Vss+u		11,0	2,0		11,0	70		84	100		
Valeurs spécifiées Vss	X	10,0	1,5		10,0	66		99	100		
Granularité type Xt		5,0	0,75		5,0	41,	0	94,0	100		
Valeurs spécifiées Vsi	X	0,0	0,0		0,0	16		89	100		
Valeurs limites Vsi-u		0,0	0,0		0,0	22		87	100		
Ecart-type max ≤e/3,3						15,	2				

ă	r artic informativ	• •									
ō	Tamis (mm)	f					0,25		D	2D	
Ř		f	MB	FM	0,06	0,125	0,250	0,5	1	2	
D D	Maximum	9,5	1,0	1,69	9,5	24	51,0	86	98	100	
5 E	Xf+1,25sf	9,1	0,9	1,64	9,1	24,8	51,3	86,4	98,7	100	
2 %	Moyenne Xf	7,2	0,7	1,52	7,2	22,5	48,2	81,3	96,3	100	
Ĭ	Xf-1,25sf	5,2	0,5	1,40	5,2	20,2	45,1	76,2	94,0	100	
ΞQ	Minimum	5,4	0,5	1,43	5,4	19	44,0	74	94	100	
	Ecart-type sf	1,5	0,2	0,10	1,5	1,9	2,5	4,1	1,9	0,0	
<u> </u>	Nombre de valeurs	6	6	6	6	6	6	6	6	6	
. HOI	100	Gran	ulométri	e - synth	nèse de	s dernie ×	ers essa	is			Autres caractéristiques



	Autr	es ca	racte	éristi	ques		
	Essais su	ır les	2 de	rnière	es an	nées	
ş	Essai	Code	Vss	Moyen ne Xf	maxi mini	Nb valeurs	Date dernie r essai
10.2.3	Angularité / Ecoulement des sables	Ecs (s)					
10.2.4	Polluants Organiques	РО	Négatif	Négatif	-	2	nov-18
10.3.1	Absorption d'eau avec fines	Ab (%)	≤2,5	1,2	1,5 0,9	2	nov-18
	Absorption d'eau sans fines	WA24 (%)		1,1	1,5 0,6	2	nov-18
10.3.2	Impuretés prohibées	ImP (%)	≤0,1	<0,01	<0,01 <0,01	2	nov-18
10.3.3	Alcali Réaction	AR		NR	-		nov-17
10.3.3	Teneur en alcalins actifs	Na2Oeq (%)		0,0133	0,0147 0,0118	2	nov-18
10.3.4	Soufre Total	S (%)	≤0,4	0,05	0,06 0,03	2	nov-18
10.3.5	Sulfates solubles dans l'acide	AS (%)	≤0,2	0,04	0,06 0,01	2	nov-18
10.3.6	Chlorures solubles dans l'eau	C (%)		0,0004	0,0004 0,0003	2	nov-18
	Masse volumique réelle	ρrd (g/cm ³)		2,64	2,66 2,61	2	nov-18



Sable 0/4 CL (743152) Article 10 Code A

Granulats pour bétons hydrauliques et mortiers

Fournisseur :		GR	ANU	JLA	TS	VIC	AT				Origine	:			SOL	IVIG	INY					
Lieu de prélèvement :		CARR	IERE D	ESOL	VIGN	Y					Nature	pétrog	graphiq	ue:	GRAN	TE						
Partie normative	e								Eng	agei	nent	du p	orodu	icteu	r pou	r la	pèrio	de d	e juiı	n à no	vembr	e 2019
Tamis (mm)		f							0,25		1				D		1,4D			2D		
		f	MB	Ecs	FM	SE(10) 0,063	0,13	0,25	0,5	1	2	2,8	3,15	4	5	5,6	6,3	7,1	8		
Valeurs limites Vss+u		7,0	2,0		3,60		7,0		42		78				100		100			100		
Valeurs spécifiées Vss	X	6,0	1,5		3,45		6,0		40		74				99		100			100		
Granularité type Xt	Ī	3,0	0,75				3,0		20,0		58,0				94,0		97,5			100		
Valeurs spécifiées Vsi	X	0,0	0,0		2,85	65	0,0		0		34				89		95			100		
Valeurs limites Vsi-u	Ī	0,0	0,0		2,70	60	0,0		0		30				87		94			100		
Ecart-type max ≤e/3,3					0,18				12,1		12,1									0,0		

	Partie informative)					С	ontr	ôle d	e fab	ricat	ion :	synt	hèse	de d	lécer	nbre	2018	3àm	ai 201	9 (Sau	f Ecs)
	Tamis (mm)	f							0,25		1				D		1,4D			2D		
		f	MB	Ecs	FM	SE(10)	0,063	0,13	0,25	0,5	1	2	2,8	3,15	4	5	5,6	6,3	7,1	8		
,	Maximum	4,6	1,0	35	3,30	82	4,6	11	22	42	60	83	91	93	98	100	100	100	100	100		
	Xf+1,25sf 🛛	4,1	0,9	35,0	3,24	79,3	4,1	10,1	21,3	39,5	57,3	79,2	88,2	91,4	96,5	100	100	100	100	100		
	Moyenne Xf	3,0	0,7	34,0	3,11	72,6	3,0	9,1	19,9	36,5	53,7	75,0	84,8	88,6	94,9	99,4	100	100	100	100		
	Xf-1,25sf 🛛	1,9	0,5	33,0	2,98	65,9	1,9	8,1	18,5	33,4	50,1	70,8	81,4	85,8	93,4	98,7	100	100	100	100		
•	Minimum	1,4	0,2	32	2,89	60	1,4	8	18	32	49	69	80	85	93	99	100	100	100	100		
;	Ecart-type sf	0,9	0,2	1,0	0,10	5,4	0,9	0,8	1,1	2,5	2,9	3,4	2,7	2,2	1,3	0,5	0,0	0,0	0,0	0,0		
	Nombre de valeurs	19	19	14	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19	19		



	Essais su	ır les	2 de	rnière	es an	nées	
ş	Essai	Code	Vss	Moyen ne Xf	maxi mini	Nb valeurs	Date dernie r essa
10.2.3	Angularité / Ecoulement des sables	Ecs (s)		34	35 32	14	mai-19
10.2.4	Polluants Organiques	PO	Négatif	Négatif		2	nov-18
10.3.1	Absorption d'eau avec fines	Ab (%)	≤2,5	1,2	1,4 0,9	2	nov-18
	Absorption d'eau sans fines	WA24 (%)		0,9	0,9 0,8	2	nov-18
10.3.2	Impuretés prohibées	ImP (%)	≤0,1	<0,01	<0,01 <0,01	2	nov-18
10.3.3	Alcali Réaction	AR		NR	•	1	nov-17
10.3.3	Teneur en alcalins actifs	Na2Oeq (%)		0,0133	0,0147 0,0118	2	nov-18
10.3.4	Soufre Total	S (%)	≤0,4	0,05	0,06 0,03	2	nov-18
10.3.5	Sulfates solubles dans l'acide	AS (%)	≤0,2	0,04	0,06 0,01	2	nov-18
10.3.6	Chlorures solubles dans l'eau	C (%)		0,0004	0,0004	2	nov-18
	Masse volumique réelle	Prd (g/cm ³)		2,64	2,65 2,63	2	nov-18



Gravillon 4/10 CL (823152) Article 10 Code A

Granulats pour bétons hydrauliques

Fournisseur :	GR	ANI	JLA	TS	VIC	AT				Origine				SOL	JVIG	NY					
Lieu de prélèvement :	CARRI	ERE D	E SOU	VIGNY						Nature	pétrog	raphiq	ue:	GRAN	ITE						
Partie normative								Eng	ager	nent	du p	rodu	icteu	r pou	ır la p	oèrio	de de	e juir	n à no	vemb	re 2019
Tamis (mm)	f	FI	d/2			d							D			1,4D			2D		
	f	FI	2	2,8	3,15	4	5	5,6	6,3	7,1	8	9	10	11,2	12,5	14	16	18	20		
Valeurs limites Vss+u	1,8	24	6			22							100			100			100		
Valeurs spécifiées Vss X	1,5	20	5			17							99			100			100		
Granularité type Xt	0,75		2,5			9,5							91,5			99,0			100		
Valeurs spécifiées Vsi 🛛 🗙	0,0	0	0			2							84			98			100		
Valeurs limites Vsi-u	0,0	0	0			0							79			97			100		
Ecart-type max ≤e/3,3	0,5	6,1	1,5																		

Partie informat	ive							Cor	ntrôle	de f	abrio	atio	1 : sy	nthè	se de	e nov	emb	re 20	18 à	mai 2	2019 (sa	uf FI)
Tamis (mm)		f	FI	d/2			d							D			1,4D			2D		
		f	FI	2	2,8	3,15	4	5	5,6	6,3	7,1	8	9	10	11,2	12,5	14	16	18	20		
Maximum		0,7	13	3	4,0	5	12	21	31	44	59	73	85	94	100	100	100	100	100	100		
Xf+1,25sf	-	0,6	11,2	2,6	3,7	4,3	8,3	20,0	31,0	43,1	55,8	69,8	81,6	90,9	100	100	100	100	100	100		
Moyenne Xf		0,4	9,8	2,2	3,0	3,4	5,9	15,0	24,3	35,3	47,1	62,0	75,3	87,0	97,8	99,7	100	100	100	100		
Xf-1,25sf	-	0,2	8,3	1,7	2,3	2,5	3,5	10,0	17,7	27,4	38,3	54,2	69,1	83,1	95,2	99,0	100	100	100	100		
Minimum		0,2	9	2	2,0	2	3	7	14	24	34	52	68	82	94	98	100	100	100	100		
Ecart-type sf		0,1	1,1	0,4	0,6	0,7	1,9	4,0	5,3	6,3	7,0	6,2	5,0	3,1	2,1	0,6	0,0	0,0	0,0	0,0		
Nombre de valeurs		18	12	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18		





Gravillon 10/20 CL (863152) Article 10 Code A

Granulats pour bétons hydrauliques

Fournisseur :	GR	ANI	JLA	TS	VIC	AT				Origine) :			SOL	JVIG	NY						
Lieu de prélèvement :	CARR	IERE D	E SOU	VIGNY	6					Nature	pétrog	raphiqu	le:	GRAN	ITE							
Partie normative								Eng	jagei	nent	du p	rodu	cteu	r pou	ır la p	pèrio	de d	e juin	ànc	vem	bre 2	2019
Tamis (mm)	f	FI	d/2						d						D			1,4D		2D		
	f	FI	5	5,6	6,3	7,1	8	9	10	11,2	12,5	14	16	18	20	22,4	25	28	31,5	40		
Valeurs limites Vss+u	1,8	24	6						22						100			100		100		
Valeurs spécifiées Vss 🛛 🗙	1,5	20	5						17						99			100		100		
Granularité type Xt	0,75		2,5						9,5						91,5			99,0		100		
Valeurs spécifiées Vsi 💦 🗙	0,0	0	0						2						84			98		100		
Valeurs limites Vsi-u	0,0	0	0						0			i i			79			97		100		
Ecart-type max ≤e/3,3																						

Partie informative	e						Cor	ntrôle	e de f	fabrio	atio	n : sy	/nthè	se d	e déc	emb	re 20	18 à	mai	2019	(sau	f FI)
Tamis (mm)	f	FI	d/2						d						D			1,4D		2D		
	f	FI	5	5,6	6,3	7,1	8	9	10	11,2	12,5	14	16	18	20	22,4	25	28	31,5	40		
Maximum	0,6	10	3	3,0	3	4	5	7	11	20	34	50	68	85	96	100	100	100	100	100		
Xf+1,25sf	0,5	10,6	2,7	3,0	3,0	3,4	4,3	5,9	9,4	17,8	32,4	48,4	66,7	84,1	94,4	100	100	100	100	100		
Moyenne Xf	0,3	9,3	1,8	1,9	1,9	2,1	2,7	4,0	6,5	13,3	25,1	39,4	57,1	75,2	89,9	99,2	100	100	100	100		
Xf-1,25sf	0,2	7,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,1	2,1	3,7	8,8	17,8	30,4	47,4	66,4	85,4	98,1	100	100	100	100		
Minimum	0,1	6	1	1,0	1	1	1	2	3	9	17	27	42	62	82	97	100	100	100	100		
Ecart-type sf	0,1	1,1	0,7	0,8	0,8	1,0	1,3	1,5	2,3	3,6	5,9	7,2	7,7	7,1	3,6	0,9	0,0	0,0	0,0	0,0		
Nombre de valeurs	17	14	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17	17		



FICHE TECHNIQUE PRODUIT NF P 18-545

2.1.2 Sensibilité au gel



CENTRE TECHNIQUE

4 RUE ARISTIDE BERGÉS F-38080 L'ISLE D'ABEAU TÉL. +33 (0)4 74 27 58 80 FAX +33 (0)4 74 27 58 95 www.sigma-beton.fr

Rapport d	'essai nº : 19 IAG 09-10	6 G	ravillon 4/1() CL	
	Résistanc	e au gel - dég	zel		
	Norme NF EN	N 1367-1 - Août 200)7		
Nature :	Gravillon 4/10 CL	Date de prélèv	ement ·	8/10/2019	
Installation de carrière :	Site de SOUVIGNY	Prélevé par :	silicite	SIGMA IDA BA	ton
Donneur d'ordre :	ATHIL 2019	Lieu de prélève	ement : S	Site de SOUVIO	GNY
Origine des matériaux :	Site de SOUVIGNY	Date de récepti	ion: 0	8/10/2019	
Nro d'affaire :	630003922	Date d'essai :	1	6/10/2019	
Nro d'échantillon :	15 / 19 / 09-106	Technicien :	1	ohan MICLO	Т
(fra L'es apré	gmentation ou microfissuration), p ssai consiste à mesurer la perte de r ès avoir été saturé, 10 cycles gel-dé	saurees d'eau peur provi varticulièrement pour les masse des gravillons, au égel de + 20°C à -17,55°	oquer une degra s granulats issus tamis d/2, sur °C.	adation de ceux- de roches porei le matériau aya	cı uses. nt subi,
	Echantillon avai	nt les cycles Gel	-dégel		
Classe granulaire			Classe : 16 / 3:	2 mm	
Masse d'échantillon	en g				
Masse échantillon Bac nº	1		М —	1 000 9	~
Masse échantillon Bac nº	2		IVI —	1 000,0	B
Masse condition bac n.	2		M =	1 000,2	g
Masse echantillon Bac n°	3		M =	1 000,1	g
Masse totale avant le	es cycles Gel-Dégel		M1 =	3 001,1	g
	Echantillon apro	ès les cycles Gel-	-dégel		
Tamis de Lavage			Tamis = 8 mm		
Masse d'échantillon	en g				
Masse échantillon Bac nºi	5		M	007.0	
Massa (abantillar Dag 10)			$\mathbf{M} =$	997,0	g
Masse echantilion Bac n°2	2		M ==	994,8	g
Masse échantillon Bac n°3	3		M =	996,2	g
Masse totale après le	es cycles Gel-Dégel		M2 =	2 988,0	g
	Sensibilité au ge	l par perte d	e masse		
$\mathbf{F} = \frac{\mathbf{M}_1 - \mathbf{M}_2}{\mathbf{M}_1}$	×100		F =	0,4 %	
servations : Char	tier gel + sels	A ét	té réalisé à IDA	Granulats, le	16/10/19
		Le 7	Technicien char	gé des essais	
		Yoh	an MICLOT	11	
		Le F	Responsable de	a section granu	lats
		B. C	CHORIER	-	
La reprodu l'accrédiat les essai à l'échantilla	ction de ce rapport d'essai n'est autorisé que sous sa ian par Cofrac atteste de la compétence du laborate aisant l'objet du présent rapport portent sur un écha a la ma qui d'arté téndum à l'accembla de la cordu-st	p forme intégrale, il comporte	page(s). r l'accréditation, repéré ions. Leur représentativ	s par le symbole*. ité est liée à celle de	

2.1.3 Analyses granulométriques et autres essais


CENTRE TECHNIQUE 4 RUE ARISTIDE BERGÈS F-38080 L'ISLE D'ABEAU TÉL. +33 (0)4 74 27 58 80 FAX +33 (0)4 74 27 58 95 www.sigma-beton.fr





La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisé que saus sa forme intégrale, il comparte ...A. page(s). L'accréditation par Colrac atteste de la campétence du laboratoire pour las seuis essais couverts par l'accréditation, repérés par le symbole". Les essais fassait l'objet du présent rapport partent sur un échamillon préferé dans centaines conditions. Leur représentativité est bée à celle de l'échamillion et ne peut être étendue à l'ensemble de la production au de la fountiure.



L'attention est attirée sur le loit que les résultats mentionnés par le présent rappart ont été obtenus ovec l'échontillon défini ci-dessus mois que lo portée et les conclusions à tirer de ces résultats : g' n'ont pos té demandées par le donneur d'aratte... | lout l'objet d'un document séparé.] sont indiquées dans le présent rapport d'essoi en application du teste de référence lisé par le donneur d'ardre.



CENTRE TECHNIQUE 4 RUE ARISTIDE BERGÈS F-38080 L'ISLE D'ABEAU TÉL +33 (0)4 74 27 58 80 FAX +33 (0)4 74 27 58 95 www.sigma-beton.fr





La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisé que sous sa forme intégrale, il compate ...A... page(s). L'accréditation par Coltac atteste de la compétence du laborataire pour les souls essais couvarts par l'accréditation, repérés par le symbole*. Les essais faison l'abiet du prévent rappart partentes suu n'échantilian prélené dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport an l été obtenus avec l'échantilion défini ci-dessus mais que la partée et les conclusions à titer de ces résultats : g' n'art pas té demandrées par le donneur d'ardre. I fant l'objet d'un decument séparé. I sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du teste de référence lué par le donneur d'ardre.

SSAI



CENTRE TECHNIQUE 4 RUE ARISTIDE BERGÈS

F-38080 L'ISLE D'ABEAU TÉL. +33 (0)4 74 27 58 80 FAX +33 (0)4 74 27 58 95 www.sigma-beton.fr





La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisé que sous sa forme intégrale, il compate A...., page(s). L'accréditation par Cofrac atteste de la compétence du laboratoire pour les seuis essais couverts par l'accréditation, repérés par la symbols*. Les essais faisant l'obiet du présent rapport pourtent sur un échantillar puélevé dans certaines conditions. Leur représentativité est liée à celle de l'échantillon et ne peut être étendue à l'ensemble de la production ou de la fourniture.

L'attention est attirée sur le loit que les résultats mentionnés par le présent rapport ont été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mois que la partée et les conclusions à tirer de ces résultats : a n'ont pas été demandées par le donneur d'ordre. D'ont l'objet d'un document séparé. ant indiquées dons le présent rapport d'essoi en application du teste de rélérence liné par le donneur d'ardre.

SSAL



CENTRE TECHNIQUE 4 RUE ARISTIDE BERGÈS F-38080 L'ISLE D'ABEAU TÉL. +33 (0)4 74 27 58 80 FAX +33 (0)4 74 27 58 95 www.sigma-belon.fr

	Objet				Ana	lyse gra	inulom	étrique	e (NF E	N 933	-1) *
Donneur d'ordre					Tamis F	useau de réi	férence	Tamisate	Fusaau	le référen	
Affaire					(mm)	(%min)	(%min)	(%)	(%ma	x) (%m	ax)
nstallation de traitement	Site de SOUVIGNY	/			0.063	-	1	03			
Pr	élèvement de l'é	chantillo	1		5,000			1			
lature	Gravillon 10/20 CL	(863152)			6,300			1			
ate de prélèvement	08/10/2019				7,100			1			
ieu	Site de SOUVIGNY	•			8,000			1			
té / Opérateur	SIGMA BETON IDA	A Béton			10,000			1			
lode opératoire	Non communiqué				11,200			10			
rigine des matériaux	Site de SOUVIGNY				12,500			23			
	Préparatio	on			14,000 16,000			37 61			
lode opératoire	Par quartage à plat				18,000			80			
ate de réception	08/10/2019				22,000			93			
rocédé d'analyse	Essai réalisé par lav	vage et tamisa	ge		25,000			100			
Autres essais		min ² Ré	sultats	Niveau							
neur en eau : W (%) -		trun.	0.3	(www.weau							
neur en fines : f (%) (NF EN 93	3-1) *		0.3	1 1	1						
100					1		18	°	1		<u> </u>
100 90 80 70 40 40 30								>			
100 90 80 70 50 40 30 20 10 0,063 0,12	25 0,25 0,	5 1	2				6	31,5	63		125
100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0,063 0,13 Granulats DD Granulats - 4.36.26	25 0.25 0.3 25 0.25 0.4	5 1 Liectródiati	2 Tamis on per le COFAC atte	4 s (mm)	<u>0000000000000000000000000000000000000</u>	and the space is a set of the space is a set of the space is a set of the set	6	31,5	63 'accreditation		125



L'attention est attirée sur le fait que les résultats mentionnés par le présent rapport ant été obtenus avec l'échantillon défini ci-dessus mais que la partée et les conclusions à litre de ces résultats : d' n'ont pas dé demandées par le donneur d'orden. _____ fant l'objet d'un document séparé. _____ sont indiquées dans le présent rapport d'essai en application du texte de rélérence livé par le donneur d'ordre.



3. Ciment CEM I 52,5 N SR3 CE PM-CP2 NF



FICHE TECHNIQUE CIMENT

EXTREMAT



FTSE2.20.00	Produit (*) :	CEM I 52,5 N SR3 CE PM-CP2 NF
Mise à jour : 08/01/2020	Usine :	Saint Egreve (38)

Caractéristiques physiques et mécaniques					Caractéristiques chimiques							
Paramàtre		Unitó	Movenne	Ecart type	Lim	nites	Paramàtro	Unitó	Mauanna	Ecort tune	Limites	
raidifieur	-	onne	woyenne	Contrype	CE	CE NF		Onne	woyenne	Loan type	CE	NF
	1 Jour	MPa	18	1,7	•	*	Alcalins eq.actifs (Na ₂ O eq actifs)	%	0,44	0,03		·
Résistance à	2 Jours	MPa	30	1,9	≥ 18,0	≥ 18,0	*	•	*	•	·	•
la compression	7 Jours	MPa	48	2,6	٠	*	Perte au Feu 950 °C	%	1,11	*	≤ 5,0	≤ 3,0
	28 Jours	MPa	62	2,2	≥ 50,0	≥ 50,0	MgO	%	0,89		•	≤ 3,0
Demande en	eau	%	25,7	0,4	•	•	Al ₂ O ₃	%	3,78	•	•	≤ 8,0
Temps de début	de prise	min	190	35	≥ 40	≥ 60	SO3	%	2,26	•	≤ 4,0	≤ 3,0
Expansion	n	mm	1,0	0,7	≤ 10	≤ 5	Chlorures (Cl ⁻)	%	0,05	•	≤ 0,10	≤ 0,10
Chaleur	41 h	J/g	290	20	·	*	Sulfures (S ²⁻)	%	0,01	٠	•	≤ 0,2
d'hydratation	120 h	J/g	308	20	·	•	Résidu insoluble	%	0,50	•	≤ 5,0	≤ 0,75
Masse Volum	ique	g/cm ³	3,20	*	•	*	C ₃ A (Bogue)	%	1,8	•	≤ 4	≤ 3
Finesse Bla	ine	cm²/g	3850	200	٠	*	C ₃ A+0,27xC ₃ S (Bogue)	%	18,7			≤ 23,5
Diamètre mé	dian	μm	12,0	0,7	•	•	C ₄ AF+2xC ₃ A (Bogue)	%	18,4	*	*	≤ 20
Clarté L*			58,8	*		*						

Composition hors sulfate de calcium					Caractéristiques du clinker (Bogue)					
Constituants	Clinker	Calcaire	Laitier	Pouzzolane	Constituants secondaires	Phases minéralogiques	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C₄AF
Teneur en %	99	٠	•	٠	1	Teneur en %	63,2	14,5	2,1	15,1

Marquage CE et Marque NF-LH						
Déclaration de performance	0333-CPR-1002	Marque NF - Liants Hydrauliques	N°10.64 du 28.08.2019			

Informations générales

Les valeurs indiquées sont des valeurs moyennes, elles peuvent varier légèrement dans les limites autorisées par les normes.

Le succès des travaux entrepris avec ce ciment reste naturellement conditionné par le respect des règles de bonne pratique en matière de préparation, de mise en œuvre et de conservation des mortiers et bétons.

Le ciment contient un agent réducteur de chrome hexavalent soluble afin de satisfaire à la réglementation en vigueur. (*) Ciment conforme aux normes NF EN 197-1 : 2012, NF P 15-317 et NF P 15-318.

VICAT - DIRECTION COMMERCIALE CIMENT - TSA 59597 - 38306 BOURGOIN CEDEX - TEL : +33 (0)4 74 18 40 00 - FAX : +33 (0)4 74 18 40 18

4. Capteurs d'émission acoustique WD





WD Sensor

Wideband Differential Sensor



DESCRIPTION AND FEATURES

WD is a true differential wideband sensor with a very high sensitivity and bandwidth. It has a very good frequency response over the range of 100 – 900 kHz. Differential sensors differ from their general purpose counterparts by employing two sensing elements with opposite polarization directions. The two signal leads feed into a differential pre-amplifier which eliminates common-mode noise resulting in a lower noise output from the pre-amplifier. Noise improvements to the tune of 2 dB can be achieved using differential sensors over a single ended sensor. This sensor features a rugged steel construction with an integrated twin axial cable exiting on the side.

APPLICATIONS

This sensor is well suited for structural health monitoring of large structures like storage tanks, pipelines etc. This sensor is an ideal candidate for applications requiring high bandwidth for frequency analysis of the AE signals for noise discrimination and source identification. Wideband sensors are particularly well suited for research applications where a high fidelity AE response is required. It can be easily mounted using epoxy.

PRODUCT DATA SHEET

OPERATING SPECIFICATIONS

bynanne	
Peak Sensitivity, Ref V/(m/s)	56 dB
Peak Sensitivity, Ref V/µbar	61 dB
Operating Frequency Range	125-1000 kHz
Resonant Frequency, Ref V/(m/s)	125 kHz
Resonant Frequency, Ref V/µbar.	450 kHz
Directionality	+/-1.5 dB
Environmental	
Temperature Range	65 to 177ºC
Shock Limit	500 g
Completely enclosed crystal for R	FI/EMI immunity
Physical	
Dimensions	0.7"OD X 0.65"H
	17.8 mm OD X 16.5 mm H
Weight	20 grams
Case Material	Stainless Steel
Face Material	Ceramic
Connector	BNC
Connector Locations	Side

ORDERING INFORMATION AND ACCESSORIES

WD	WD
Cable (specify length in '-XX' m at end of PN)	1 m
Magnetic Hold-Down	MHSTD
Pre-Amplifier C)/2/4, 2/4/6
Preamp to System Cable (specify length in 'm')	1234-X
Amplifier Subsystems AE	2A or AE5A

Sensors include NIST Calibration Certificate & Warranty



Specifications subject to change without notice. Copyright © 2011 MISTRAS Group, Inc. All Rights Reserved. #210D-11-133-01

www.mistrasgroup.com

ANNEXE IV

1. Courbes de pertes cumulées d'écaillage sur les 4 éprouvettes de chaque série au cours des 56 cycles normatifs de [+20/-20°C]



Figure iv-1 : Pertes cumulées pour les quatre éprouvettes testées par série : (à gauche) surface sciée, (à droite) face fond de moule-cure dans CO₂-laboratoire 1.



Figure iv-2 : Pertes cumulées pour les quatre éprouvettes testées par série : (à gauche) surface sciée, (à droite) face fond de moule-cure dans CO₂-laboratoire 2.



Figure iv-3 : Pertes cumulées pour les quatre éprouvettes testées par série : (à gauche) surface sciée, (à droite) face fond de moule-cure dans l'air-laboratoire 1.



Figure iv-4 : Pertes cumulées pour les quatre éprouvettes testées par série : (à gauche) surface sciée, (à droite) face fond de moule-cure dans l'air-laboratoire 2.

2. Palier de changement de phase







Figure iv-5 : Identification des températures de nucléation dans les saumures des éprouvettes placées à différentes positions dans l'enceinte.

2.2 Régulation de l'HR



Figure iv-6 : Diagramme d'humidité relative en fonction de température de l'enceinte climatique BINDER MKF 240.

3. Cartes d'endommagement des VERs de pâte de ciment exposées au gel-dégel







Figure iv-7 : Cartes d'endommagement des VERs à l'échelle de pâte de ciment après 56 cycles de gel-dégel.

ANNEXE V

ANNEXE VI

1. Coefficients de corrélation températures mesurées et calculées



Figure vi-1 : Coefficients de corrélation entre les températures mesurées en surface du bloc et celles calculées par le modèle numérique pour les deux périodes concernées (6 au 13 mars 2013 et du 16 février au 2 mars 2015).



2. Courbes de températures mensuelles pour l'hiver 2019-2020 du Mont Aigoual

Figure vi-2 : Séries temporelles de la température de surface du bloc XF4 en bleu, de la température sous abri en rouge, de la température directe en rouge pointillé (axe Y) et de la radiance solaire en orange (axe Y') en référence aux cycles thermiques du CEN/TS 12390-9 (T_x en rouge, T_n en bleu) et XP P18-420 (T_x en vert, T_n en violet). Mont Aigoual, Décembre 2019.



Figure vi-3: Séries temporelles de la température de surface du bloc XF4 en bleu, de la température sous abri en rouge, de la température directe en rouge pointillé (axe Y) et de la radiance solaire en orange (axe Y') en référence aux cycles thermiques du CEN/TS 12390-9 (T_x en rouge, T_n en bleu) et XP P18-420 (T_x en vert, T_n en violet). Mont Aigoual, janvier 2020.



Figure vi-4: Séries temporelles de la température de surface du bloc XF4 en bleu, de la température sous abri en rouge, de la température directe en rouge pointillé (axe Y) et de la radiance solaire en orange (axe Y') en référence aux cycles thermiques du CEN/TS 12390-9 (T_x en rouge, T_n en bleu) et XP P18-420 (T_x en vert, T_n en violet). Mont Aigoual, février 2020.



Figure vi-5: Séries temporelles de la température de surface du bloc XF4 en bleu, de la température sous abri en rouge, de la température directe en rouge pointillé (axe Y) et de la radiance solaire en orange (axe Y') en référence aux cycles thermiques du CEN/TS 12390-9 (T_x en rouge, T_n en bleu) et XP P18-420 (T_x en vert, T_n en violet). Mont Aigoual, mars 2020.

3. Cartes de rayonnement solaire





Figure vi-6: Carte du rayonnement solaire du monde avec la localisation des régions considérées dans l'étude à climat modéré ou sévère et carte de rayonnement de la France avec la localisation du Mont Aigoual, (https://fr.wikipedia.org/wiki/Irradiation_solaire, source : www.solargis.info).

4. Courbes de températures mensuelles pour l'hiver 2020-2021

Les figures ci-dessous présentent les séries chronologiques de la température de la masse d'air mesurée pendant l'hiver 2020-21 aux différentes régions du monde : en Europe continentale, au Canada et en extrême orient. Les courbes sont normalisées par rapport au cycle thermique normalisé (à gauche). L'isotherme 0°C est rehaussé d'une ligne en bleu foncé en pointillés et la ligne rouge en pointillés rehausse la température minimale des cycles de gel-dégel qui de -15°C.

4.1 Europe Continentale



4.1.1 Mont Aigoual

Figure vi-7: Série chronologique de la température sous abri mesurée pendant l'hiver 2020-21 au Mont Aigoual.

4.1.2 Nizhny Novgorod



Figure vi-8: Série chronologique de la température sous abri mesurée pendant l'hiver 2020-21 à Nizhny Novgorod.

4.2 Canada

4.2.1 Winnipeg



Figure vi-9: Série chronologique de la température sous abri mesurée pendant l'hiver 2020-21 à Winnipeg.





Figure vi-10 : Série chronologique de la température sous abri mesurée pendant l'hiver 2020-21 au Québec.

ANNEXE VII

ANNEXE VIII

1. Courbes de de pertes cumulées d'écaillage des éprouvettes exposées au [+5/-15°C] et [+10/-10°C]-Formulation de référence.



Figure viii-1 : Pertes cumulées des 4 éprouvettes testées de la série à SS au cours des 56 cycles de [+10/-10°C] avec l'évolution de la moyenne.



Figure viii-3 : Pertes cumulées des 4 éprouvettes testées de la série à SS au cours des 56 cycles de [+5/-15°C] avec l'évolution de la moyenne.



Figure viii-2 : Pertes cumulées des 4 éprouvettes testées de la série à FM au cours des 56 cycles de [+10/-10°C] avec l'évolution de la moyenne.



Figure viii-4: Pertes cumulées des 4 éprouvettes testées de la série à FM au cours des 56 cycles de [+5/-15°C] avec l'évolution de la moyenne.

2. Courbes de déformations totales sous le [+20/-20°C] et le [+5/-15°C]



2.1 A l'échelle de la pâte de ciment

Figure viii-5: Evolutions des déformations totales calculées à l'échelle de la pâte de ciment au cours de 50 cycles de gel-dégel, représentées en fonction du temps et de la température.

2.2 A l'échelle du mortier



Figure viii-6: Evolutions des déformations totales calculées à l'échelle du mortier au cours de 50 cycles de geldégel, représentées en fonction du temps et de la température.

3 Courbes de pertes cumulées d'écaillage au cours des 56 cycles de [+5/-15°C]-Formulation résistante





Figure viii-7 : Pertes cumulées des 4 éprouvettes testées de la série à SS au cours des 56 cycles de [+5/-15°C] avec l'évolution de la moyenne.



4 Essais d'inter-comparaison

4.1 Programme de cure



Figure viii-9 : Schéma montrant le programme de cure adopté dans l'essai d'inter-comparaison.

Confection, en 2 gâchées, de 34 cubes³ de dimensions 15×15×15 cm³ dont 2 cubes serviront pour la lecture du *L*⁴ de chaque gâchée et le reste (32 cubes) pour les mesures d'écaillage. La confection a été réalisée dans des moules en PVC.



Figure viii-10 : Photo des moules en PVC utilisés dans l'essai d'inter-comparaisons.

- Décoffrage après <u>24 h</u> de la confection ($\hat{a}ge = 1 \text{ jour}$) à une température de 20±2°C.
- Début de la cure dans l'eau jusqu'à l'âge de 7 jours, les faces talochées des cubes vers le bas (pour ne pas dégrader les faces moulées).
- Début de cure dans l'air à <u>65% HR et 20°C</u>, à l'intérieur d'une enceinte climatique permettant la régulation de l'humidité relative et de la température jusqu'à l'âge de 28 jours, les faces talochées des cubes vers le bas, régulièrement espacés. La concentration en CO₂ doit rester entre 300 et 1000 ppm (la plus constante possible).
- A l'âge de 21 jours, sciage des cubes verticalement, perpendiculairement à la face talochée : obtention de deux éprouvettes d'essai à partir de chaque cube (1 éprouvette à face moulée et 1 éprouvette à face sciée verticale).
- Après sciage, les éprouvettes ont été retournées à l'enceinte pour poursuivre la cure dans l'air.
- Les éprouvettes ont été placées verticalement dans l'enceinte en les espaçant régulièrement.
- Configuration des 64 éprouvettes à l'aide du cadre TFB (permettant d'assurer une surface d'essai uniforme) et scellement avec la mousse EPDM (permettant d'assurer l'étanchéité), la mousse EPDM utilisée est de 5 cm d'épaisseur.

³ 8 cubes pour les mesures d'écaillage dans chaque laboratoire (donc 32 cubes) + 1 cube pour la lecture du \overline{L} de chaque gâchée (donc 2 cubes pour le \overline{L}).

⁴ Pour chaque cube désignée pour la lecture du \overline{L} , une lecture sur une face sciée du cœur du cube et une lecture sur une face à 1 cm de la face moulée.

- La conservation des éprouvettes configurées a été poursuivie dans l'enceinte climatique à 65% HR et 20°C jusqu'au jour de transport pour distribution aux 3 laboratoires.
- Une bonne répartition des éprouvettes provenant des 2 gâchées a été assurée entre les 4 laboratoires. Un plan de répartition sous forme d'un fichier excel avec le numéro de l'éprouvette et de la gâchée a été établit pour pouvoir bien identifier l'éprouvette.
- Pendant le transport, les éprouvettes à distribuer ont été placées dans des sacs, un chiffon humide en surface tout étant surmontées des couvercles métalliques.
- Reproduction des conditions pareilles pour les 16 éprouvettes du laboratoire distributeur (SigmaBéton) : en plaçant les éprouvettes dans leurs boîtes thermiques, un chiffon humide en surface, surmontées des couvercles métalliques dans une salle à une température de 20±2°C.
- Après réception des éprouvettes dans les différents laboratoires, la pré-saturation a été débutée en versant en surface de chaque éprouvette une couche de 3mm d'eau déminéralisée, pendant 72h. Pour une surface de 13×13 cm², il s'agit de 50 mL d'eau déminéralisée à l'aide d'un bécher gradué.
- A l'issu des 72h, application en surface de chaque éprouvette une couche de 3mm d'une solution saline à 3% NaCl pure. Cette solution est préparée à partir de l'eau déminéralisée (pour chaque 970 g d'eau déminéralisée, ajouter 30 g de NaCl.) Pour une surface de 13×13 cm², une couche de 50 mL de solution saline a été appliquée.
- Démarrage des cycles de gel-dégel à l'issu de la période de pré-saturation, le jour même dans les 4 laboratoires.

4.2 Etapes de montage des cadres TFB

Les étapes de montage des cadres TFB sont données dans l'ordre par la figure ci-dessous. Du scotch peinture a été utilisée pour limitée la surface d'essai. Un joint étanche a été appliqué sur les bords inférieurs et supérieurs du cadre TFB.







Figure viii-11 : Etapes de montage du cadre TFB (source : laboratoire TFB).

4.3 Arrangement des thermocouples dans l'enceinte climatique

Les schémas ci-dessous présentent l'arrangement des éprouvettes dans une enceinte à 4 étages. Sachant que i=1...9, FM_i représente les éprouvettes à <u>Face M</u>oulée, SS_i pour les éprouvettes à <u>S</u>urface <u>S</u>ciée, Th_i sont les thermocouples de type K plongés dans les saumures.

- Les positions devant le ventilateur et les positions du fond de l'enceinte ont été évitées.
 Toutes les éprouvettes à face moulée ont été placées dans les positions gauche et droite dans l'enceinte, celles à face sciée aux positions centrales.
- Les positions vides dans l'enceinte ont été remplies par des « cadavres » (anciennes éprouvettes) afin d'assurer une ventilation homogène. Les cadavres ont été couverts par une solution saline en surface.
- 8 thermocouples de types K ont été utilisés pour surveiller les températures dans les saumures de 8 éprouvettes. Ces thermocouples ont été plongés dans la saumure et bien fixés au centre de la surface d'essai. Chaque thermocouple a été vérifié s'il reste fixe sous les couvercles métalliques.



Figure viii-12: Schéma montrant l'arrangement des éprouvettes dans les enceintes des laboratoires impliqués, à gauche, GeM, Holcim et TFB et à droite SigmaBéton.

SS	Moyenne/S	Set (g/m²)	Moyenne	ECRT-TYPE	COV (REPE)
Lab 1	Set 1	Set 2	(g/m²)	(g/m²)	(%)
	43,98	39,64	41,8	3,1	7,3
	65,48	65,68	65,6	0,1	0,2
	84,62	83,43	84,0	0,8	1,0
	100,59	97,04	98,8	2,5	2,5
	117,16	102,96	110,1	10,0	9,1
	134,91	105,92	120,4	20,5	17,0
	141,03	107,69	124,4	23,6	19,0
	171,60	113,02	142,3	41,4	29,1
Lab 2	Moyenne/S	Set (g/m²)	Moyenne	ECRT-TYPE	COV (REPE)
	Set 1	Set 2	(g/m²)	(g/m²)	(%)
	57,09	55,98	56,5	0,8	1,4
	87,17	91,44	89,3	3,0	3,4
	117,82	121,97	119,9	2,9	2,4
	141,76	134,17	138,0	5,4	3,9
	157,31	141,32	149,3	11,3	7,6
	175,51	150,19	162,8	17,9	11,0
	195,98	153,61	174,8	30,0	17,1
	210,99	169,95	190,5	29,0	15,2
Lab 3	Moyenne/S	Set (g/m²)	Moyenne	ECRT-TYPE	COV (REPE)
Lab 3	Moyenne/S Set 1	Set (g/m²) Set 2	Moyenne (g/m²)	ECRT-TYPE (g/m²)	COV (REPE) (%)
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93	Set (g/m²) Set 2 48,67	Moyenne (g/m²) 41,3	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4	COV (REPE) (%) 25,2
Lab 3	Moyenne/5 Set 1 33,93 62,13	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3	COV (REPE) (%) 25,2 10,9
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 3,2 8,9 50,1	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3
Lab 3 Lab 4	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S	Set (g/m ²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m ²)	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2 Moyenne	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1 ECRT-TYPE	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 COV (REPE)
Lab 3 Lab 4	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S Set 1	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m²) Set 2	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2 318,2 Moyenne (g/m²)	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1 ECRT-TYPE (g/m ²)	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 COV (REPE) (%)
Lab 3 Lab 4	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S Set 1 30,77	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m²) Set 2 52,37	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2 318,2 Moyenne (g/m²)	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1 ECRT-TYPE (g/m ²)	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 COV (REPE) (%) 36,7
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S Set 1 30,77 56,61	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m²) Set 2 52,37 82,54	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2 318,2 (g/m²) 41,6 69,6	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1 ECRT-TYPE (g/m ²) 15,3 18,3	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 COV (REPE) (%) 36,7 26,4
Lab 3 Lab 4	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S Set 1 30,77 56,61 86,39	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m²) Set 2 52,37 82,54 111,83	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2 318,2 Moyenne (g/m²) 41,6 69,6	ECRT-TYPE (g/m²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1 ECRT-TYPE (g/m²) 15,3 18,3 18,0	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 COV (REPE) (%) 36,7 26,4 18,2
Lab 3	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S Set 1 30,77 56,61 86,39 102,56	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m²) Set 2 52,37 82,54 111,83 129,59	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 318,2 Moyenne (g/m²) 41,6 99,1 116,1	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1 163,1 ECRT-TYPE (g/m ²) 15,3 18,3 18,3 18,0	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 COV (REPE) (%) 36,7 26,4 18,2 16,5
Lab 3 Lab 4	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S Set 1 30,77 56,61 86,39 102,56 114,99	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m²) Set 2 52,37 82,54 111,83 129,59 141,86	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2 41,6 (g/m²) 41,6 69,6 99,1 116,1 128,4	ECRT-TYPE (g/m²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1 163,1 ECRT-TYPE (g/m²) 15,3 18,3 18,3 18,0 19,1	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 51,3 COV (REPE) (%) 36,7 26,4 18,2 16,5 14,8
Lab 3 Lab 4	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S Set 1 30,77 56,61 86,39 102,56 114,99 129,78	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m²) Set 2 52,37 82,54 111,83 129,59 141,86 156,21	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2 318,2 318,2 41,6 69,6 99,1 116,1 128,4 143,0	ECRT-TYPE (g/m ²) 10,4 7,3 3,2 8,9 50,1 100,9 131,1 163,1 ECRT-TYPE (g/m ²) 15,3 18,3 18,3 18,0 19,1 19,0 18,7	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 COV (REPE) (%) 36,7 26,4 18,2 16,5 14,8 13,1
Lab 3 Lab 4	Moyenne/S Set 1 33,93 62,13 91,32 129,98 199,01 297,04 363,91 433,53 Moyenne/S Set 1 30,77 56,61 86,39 102,56 114,99 129,78	Set (g/m²) Set 2 48,67 72,49 95,86 117,46 128,11 154,29 178,55 202,81 Set (g/m²) Set 2 52,37 82,54 111,83 129,59 141,86 156,21 156,21	Moyenne (g/m²) 41,3 67,3 93,6 123,7 163,6 225,7 271,2 318,2 (g/m²) 41,6 69,6 99,1 116,1 128,4 143,0 143,0	ECRT-TYPE (g/m²) 10,4 7,3 3,2 3,2 50,1 100,9 100,9 131,1 163,1 163,1 163,1 163,1 163,1 163,1 163,1 18,3 18,3 18,3 18,0 19,0 19,0 18,7 18,7	COV (REPE) (%) 25,2 10,9 3,4 7,2 30,7 44,7 48,3 51,3 51,3 COV (REPE) (%) 36,7 26,4 18,2 16,5 14,8 13,1

4.4 Analyse statistique des résultats d'écaillage

FM	Moyenne/S	Set (g/m²)	Moyenne	ECRT-TYPE	COV (REPE)
Lab 1	Set 1	Set 2	(g/m²)	(g/m²)	(%)
	132,35	119,97	126,2	8,8	6,9
	244,77	284,62	264,7	28,2	10,6
	362,92	364,05	363,5	0,8	0,2
	430,97	429,14	430,1	1,3	0,3
	485,01	470,27	477,6	10,4	2,2
	513,41	483,88	498,6	20,9	4,2
	527,42	498,82	513,1	20,2	3,9
	545,96	510,95	528,5	24,8	4,7
Lab 2	Moyenr	ne/Set	Moyenne	ECRT-TYPE	COV (REPE)
	Set 1	Set 2			
	76,64	237,54	157,1	113,8	72,4
	136,18	469,92	303,0	236,0	77,9
	174,76	641,29	408,0	329,9	80,9
	191,79	778,39	485,1	414,8	85,5
	207,08	858,73	532,9	460,8	86,5
	238,23	946,59	592,4	500,9	84,6
	256,94	1013,10	635,0	534,7	84,2
	284.13	1063.92	674.0	551.4	81.8
	201)10			,	/-
Lab 3	Moyenne/S	Set (g/m ²)	Moyenne	ECRT-TYPE	COV (REPE)
Lab 3	Moyenne/S Set 1	Set (g/m ²) Set 2	Moyenne (g/m²)	ECRT-TYPE (g/m ²)	COV (REPE) (%)
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31	Set (g/m²) Set 2 111,44	Moyenne (g/m²) 76,9	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9	COV (REPE) (%) 63,6
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 83,0	COV (REPE) (%) 63,6 54,3
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 83,0 94,2	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 83,0 94,2 103,4	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 48,9 94,2 103,4 111,5	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 83,0 94,2 103,4 111,5 126,4	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 48,9 94,2 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 83,0 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 Set (g/m²)	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne	ECRT-TYPE (g/m²) 48,9 48,9 94,2 94,2 103,4 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE)
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S Set 1	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 Set (g/m²) Set 2	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne (g/m²)	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 48,9 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE (g/m ²)	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE) (%)
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S Set 1 59,17	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 Set (g/m²) Set 2 107,69	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne (g/m²) 83,4	ECRT-TYPE (g/m²) 48,9 48,9 94,2 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE (g/m²)	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE) (%) 41,1
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S Set 1 59,17 142,75	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 Set (g/m²) Set 2 107,69 215,38	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne (g/m²) 83,4 179,1	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 48,9 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE (g/m ²) 34,3 51,4	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE) (%) 41,1 28,7
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S Set 1 59,17 142,75 231,66	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 Set (g/m²) Set 2 107,69 215,38 287,97	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne (g/m²) 83,4 179,1 259,8	ECRT-TYPE (g/m²) 48,9 94,2 94,2 103,4 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE (g/m²) 34,3 34,3 51,4	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE) (%) 41,1 28,7 15,3
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S Set 1 59,17 142,75 231,66 303,55	iset (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 iet (g/m²) Set 2 107,69 215,38 287,97 322,29	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne (g/m²) 83,4 179,1 259,8 312,9	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 48,9 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE (g/m ²) 34,3 51,4 39,8 13,2	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE) (%) 41,1 28,7 15,3 4,2
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S Set 1 59,17 142,75 231,66 303,55 372,19	Set (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 Set 2 107,69 215,38 287,97 322,29 346,55	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne (g/m²) 83,4 179,1 259,8 312,9 359,4	ECRT-TYPE (g/m²) 48,9 48,9 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE (g/m²) 34,3 51,4 39,8 13,2 18,1	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE) (%) 41,1 28,7 15,3 4,2 5,0
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S Set 1 59,17 142,75 231,66 303,55 372,19 432,69	iset (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 Set (g/m²) Set 2 107,69 215,38 287,97 322,29 346,55 378,11	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne (g/m²) 83,4 179,1 259,8 312,9 359,4 405,4	ECRT-TYPE (g/m ²) 48,9 94,2 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE (g/m ²) 34,3 51,4 39,8 13,2 18,1	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE) (%) 41,1 28,7 15,3 4,2 5,0 9,5
Lab 3	Moyenne/S Set 1 42,31 94,08 147,63 182,54 204,44 231,95 252,96 276,92 Moyenne/S Set 1 59,17 142,75 231,66 303,55 372,19 432,69	iset (g/m²) Set 2 111,44 211,44 280,87 328,80 362,13 410,65 471,01 525,25 Set 2 107,69 215,38 287,97 322,29 346,55 378,11 378,11	Moyenne (g/m²) 76,9 152,8 214,3 255,7 283,3 321,3 362,0 401,1 Moyenne (g/m²) 83,4 179,1 259,8 312,9 359,4 405,4	ECRT-TYPE (g/m²) 48,9 94,2 94,2 103,4 111,5 126,4 154,2 175,6 ECRT-TYPE (g/m²) 34,3 51,4 39,8 13,2 18,1 38,6 38,6	COV (REPE) (%) 63,6 54,3 44,0 40,4 39,4 39,3 42,6 43,8 COV (REPE) (%) 41,1 28,7 15,3 42,2 5,0 9,5

Table viii-1 : Données statistiques de l'analyse intra-laboratoires pour les deux types de surfaces d'essai.

SS	Moyenne	ECRT-TYPE	COV (REPRO)
	(g/m²)	(g/m²)	(%)
7	45,30	7,49	16,54
14	72,94	11,03	15,12
21	99,16	15,17	15,30
28	119,14	16,31	13,69
35	137,84	23,48	17,03
42	162,98	45,24	27,76
49	178,34	65,33	36,63
56	201,78	80,19	39,74

FM	Moyenne (g/m²)	ECRT-TYPE (g/m ²)	COV (REPRO) (%)
7	110,89	3,78E+01	34,06
14	224,89	70,70	31,44
21	311,39	89,72	28,81
28	370,93	105,16	28,35
35	413,30	112,93	27,32
42	454,44	117,08	25,76
49	478,88	121,95	25,47
56	511,24	120,84	23,64

Table viii-2 : Données statistiques de l'analyse inter-laboratoires pour les deux types de surfaces d'essai.



Titre: Vers une évolution du protocole de qualification des bétons exposés au gel-dégel en présence des sels de déverglaçage: apports de la modélisation multi-échelles conjointe à une analyse de la variabilité climatique

Mots clés : matériaux cimentaires, gel-dégel, écaillage, durabilité, essais normatifs, modélisation numérique.

Résumé : Les ouvrages en béton situés dans des régions froides souffrent de l'effet de l'action du gel en hiver où de plus, les sels sont régulièrement utilisés pour dégivrer les surfaces exposées. Dans ces conditions, un écaillage superficiel du béton peut résulter du gel de la solution saline en surface ainsi qu'une dégradation interne, pénalisant les conditions de service de l'ouvrage. La dégradation du béton exposé est principalement liée aux dilatations thermiques de ses différents composants ainsi qu'au changement de phase de l'eau dans l'espace poreux au cours des cycles de gel-dégel. Afin d'assurer la longévité du matériau et de protéger l'usager, des méthodes d'essai normatives ont été mises en place. Elles consistent à exposer le béton à une série de cycles de gel-dégel allant de +20 à -20 °C suivant des taux de refroidissement et de réchauffement qui varient d'un essai à l'autre. Cependant, un manque de fiabilité de ces essais a été remarqué dans plusieurs études antérieures. En effet, la pertinence du cycle de gel-dégel appliqué dans les méthodes normatives de caractérisation de la résistance du béton à l'écaillage peut être raisonnablement remise en question.

Dans ce travail, ceci est mis en évidence à partir des mesures de température in situ (sur corps d'épreuve instrumentés), doublées des relevés de température de la masse d'air et complétées par une modélisation numérique en se basant sur une approche multi-échelles. Cette approche prend en compte explicitement les mécanismes de pressions induites par l'action du gel ainsi que les dilatations thermiques des différentes phases, partant des hydrates, jusqu'à l'échelle du béton. Par ailleurs, une étude des évolutions de la température de la masse d'air de plusieurs pays à climat confirme sévère le manque de représentativité du cycle imposé dans les méthodes actuelles vis-à-vis des conditions météorologiques réelles. Une proposition d'un nouveau cycle thermique plus pertinent est donc avancée dans le cadre de cette thèse. Les premiers résultats montrent une diminution de la dispersion des résultats d'essai. Leur confirmation devrait permettre de faire évoluer la méthode d'évaluation des performances du béton exposé au gel-dégel, en présence des sels de déverglaçage.

Title: Towards the evolution of the protocol for the qualification of concrete exposed to freeze-thaw in presence of de-icing salts: contributions of multiscale modelling in conjunction with an analysis of climate variability.

Keywords: cementitious materials, freeze-thaw, scaling, durability, normative testing, numerical modelling.

Abstract: Concrete structures located in cold regions suffer from the effects of winter frost action where, in addition, salts are regularly used to de-ice exposed surfaces. Under these conditions, concrete scaling can result from the freezing of the salt solution on the surface as well as internal degradation of the material, thus penalizing the service conditions of the structure. The degradation of the exposed concrete is mainly related to the thermal dilation of its various components as well as to the phase change of the water in the pore space during the freeze-thaw cycles. In order to ensure the longevity of the material and to protect the user, normative testing methods have been put in place. They consist of exposing the concrete to a series of freeze-thaw cycles ranging from +20 to -20 °C with cooling and thawing rates that vary from one test to another.

In this work, this is highlighted from in situ temperature measurements (on instrumented test bodies), coupled with air mass temperature surveys and completed by a numerical modeling based on a multi-scale approach. This approach explicitly takes into account the pressure mechanisms induced by the action of the frost as well as the thermal expansions of the various phases, starting from the hydrates, up to the concrete scale. Moreover, a study of the air mass temperature evolution in several countries with severe climate confirms the lack of representativeness of the cycle imposed in the current methods with respect to the real meteorological conditions. A proposal for a new and more relevant thermal cycle is therefore put forward in this thesis. The first results show a decrease in the dispersion of the test results. Their confirmation should allow the evolution of the method for evaluating the performance of concrete exposed to freezethaw in the presence of de-icing salts.