



**HAL**  
open science

# Approche multi-échelle de la dégradation chimique de matériaux cimentaires : Application à la durabilité des ouvrages en béton

Andrei Gîrboveanu

► **To cite this version:**

Andrei Gîrboveanu. Approche multi-échelle de la dégradation chimique de matériaux cimentaires : Application à la durabilité des ouvrages en béton. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Montpellier; Universitatea tehnică de construcții București, 2020. Français. NNT : 2020MONTS100 . tel-04653359

**HAL Id: tel-04653359**

**<https://theses.hal.science/tel-04653359>**

Submitted on 18 Jul 2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR  
DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER  
ET DE L'UNIVERSITE TEHNIQUE DE CONSTRUCTIONS DE BUCAREST**

**en Mécanique et Génie Civil**

**École doctorale I2S, École doctorale de l'UTCB**

**Unité de recherche Laboratoire de Mécanique et Génie Civil**

**Approche multi-échelle de la dégradation chimique  
de matériaux cimentaires**

**Application à la durabilité des ouvrages en béton**

**Présentée par Andrei-Sorin GÎRBOVEANU**

**Le 7 décembre 2020**

**Sous la direction de MOULAY-SAÏD EL YOUSOUFI  
et DAN-PAUL GEORGESCU**

**Devant le jury composé de**

Loretta BATALI, Professeur, UTCB Bucarest

Ahmed LOUKILI, Professeur, École Centrale de Nantes

Rachid ZENTAR, Professeur, Institut de Mines Télécom Lille Douai

Alexandru ALDEA, Professeur, UTCB Bucarest

Frédéric JAMIN, Maître de Conférences, Université de Montpellier

Vincent HUON, Maître de Conférences, Université de Montpellier

Moulay Saïd EL YOUSOUFI, Professeur, Université de Montpellier

Dan-Paul GEORGESCU, Professeur, UTCB Bucarest

Mouad JEBLI, enseignant-chercheur, CESI Aix-en-Provence

Présidente

Rapporteur

Rapporteur

Rapporteur

Encadrant

Encadrant

Directeur de Thèse

Co-Directeur de Thèse

Invité



**UNIVERSITÉ  
DE MONTPELLIER**



## **Remerciements**

*Ce travail est le fruit de plusieurs années de recherche.*

*Je tiens d'abord à remercier Saïd El Yousoufi, mon directeur de thèse pour l'attention qu'il a su accorder à mon travail et pour ses réflexions toujours objectives et pertinentes. Sa riche connaissance scientifique m'a permis d'avoir toujours une vision complète des choses et de penser en perspective. Qu'il soit conscient de toute ma gratitude.*

*Ma reconnaissance va aussi vers mon co-directeur de thèse Dan Georgescu. Les longues discussions et les réflexions partagées m'ont permis d'avoir des perspectives plus larges. Sa disponibilité et son calme m'ont aidé à trouver des solutions inattendues.*

*Je remercie également Frédéric Jamin et Mouad Jebli, pour leurs contributions importantes au déroulement et à l'achèvement de mes travaux, car ils ont été complémentaires. Les nombreuses discussions m'ont aidé à avancer et à trouver des solutions. L'esprit analytique, la méticulosité de Frédéric, mais aussi les idées ciblées de Mouad, m'ont amené à me poser des questions et à découvrir de nouveaux horizons que je n'aurais pas pu explorer autrement.*

*Et s'il s'agit de l'aventure et de l'exploration, je pense instinctivement à Vincent Huon qui m'a guidé dans ce monde de l'expérience scientifique, inconnu avant mais si captivant. Les échanges répétés qu'on a eus m'ont toujours aidé à retrouver l'équilibre et le bon sens.*

*Mais tout cela n'aurait pas été possible sans Gille, qui a été assez sollicité durant ces années. Je ne l'ai jamais regretté. Il avait le don de me sortir toujours de l'impasse et me permettait de retrouver la bonne humeur quand elle manquait.*

*Et si des solutions existaient toujours, c'est aussi grâce à Jonathan, car son goût pour l'idéal et pour la science est contagieux. Et c'est aussi grâce aux membres du Service Expérimentation que les idées trouvaient des finalités pratiques. C'est pour cela que je remercie Stephan, Gilles et Quentin avec qui c'était un bonheur de partager le temps en travaillant et en s'amusant.*

*Ayant fait beaucoup de manip's, cela impliquait beaucoup de équipements utilisés, et des fois monopolisés. Et souvent, ils appartenaient à l'équipe THM2. Je remercie donc Bertrand Watrresse, Jean-Michel Muracciole, Laurent Waltz, mais aussi Éric Garcia-Díaz de l'École des Mines d'Alès pour leur patience, leur disponibilité et pour le partage de ces ressources.*

*Je remercie également Alain Diaz, Christophe Nevado, Jean-Claude Roux, Laurent Bonnet, François Chaillou et Thomas Chudoba pour leur support et leurs conseils.*

*Je remercie les professeurs Liviu Crainic et Radu Pascu, qui ont accepté d'offrir leurs supports en début de thèse et avec qui, les discussions ont été fructueuses et ont donné des perspectives.*

*Je tiens à remercier particulièrement Monsieur Alexandru Aldea, qui a contribué de manière décisive à rendre possible cette recherche.*

*Mais aussi l'école doctorale de l'UTCB, et particulièrement Mesdames Loretta Batali et Ilinca Năstase, qui ont réussi, avec beaucoup de tact et diplomatie à mettre en accord les procédures françaises et roumaines qui étaient parfois différentes, sans pour autant oublier Madame Silvia Rusănescu, qui m'a toujours encouragé.*

*Je pense aussi à tous les collègues du laboratoire avec qui j'ai pu avoir des discussions fructueuses ou tout simplement agréables. A mes collègues de l'équipe SIGECO, Nesrine et Joffrey, je leur souhaite bon courage dans la finalisation de leurs travaux. À tout le collectif du labo, qui a créé un cadre de vie et d'activité jovial, sympathique et sérieux en même temps, je souhaite une bonne continuation.*

*Finalement, je pense à mes parents et à ma grand-mère qui ont toujours été là pour m'écouter, m'encourager et me soutenir moralement. Leur soutien a été essentiel pour surmonter les difficultés.*

## Résumé

**Mots clé :** Béton, Lixiviation, Microstructure, Échelle locale, Essais mécaniques

L'ITZ (Interfacial Transition Zone) est une zone qui se forme dans la pâte de ciment autour des granulats du béton et qui a des propriétés physiques spécifiques qui influencent le comportement du béton et sa dégradation par lixiviation. L'évaluation de l'influence de l'ITZ sur le comportement chimio-mécanique du béton sain et dégradé, à l'échelle locale de l'interface pâte/granat, a nécessité la mise en place d'un protocole expérimental adapté. Il est basé sur l'emploi d'échantillons en pâte de ciment et composites pâte/granat avec une section carrée de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  pour permettre la mesure de l'avancement de la dégradation chimique et son influence sur les propriétés mécaniques de l'ITZ. La dégradation chimique a été réalisée dans une configuration unidirectionnelle, à l'aide d'une solution agressive de nitrate d'ammonium. La cinétique de dégradation, exprimée par l'évolution de l'épaisseur dégradée, a été déterminée grâce à l'analyse d'images numériques des sections transversales, suite au contraste entre le niveau de gris des zones saines et dégradées. Cette analyse a été complétée, à l'échelle de la microstructure, par des observations de spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) et micro-indentation pour l'analyse de la distribution spatiale de la dégradation chimique et de la rigidité dans la zone dégradée. A l'échelle locale, les essais mécaniques de traction et de cisaillement ont été couplés à la Corrélation d'Images Numériques (CIN) pour le calcul des champs de déplacements et de déformations. En ce qui concerne la cinétique de dégradation, il a été observé que celle de la pâte est proportionnelle à la racine carrée du temps, tandis que celle de l'ITZ est similaire au début de la dégradation, mais elle subit une légère accélération après un seuil critique. Les analyses chimiques et mécaniques à l'échelle de la microstructure indiquent la présence d'une zone fortement dégradée et d'une zone dégradée intermédiaire au niveau de la pâte et de l'ITZ. Cependant, la décalcification à l'intérieur de l'ITZ est plus prononcée que dans la pâte suite à la dissolution de la portlandite. A l'échelle locale, les essais mécaniques sur échantillons sains révèlent une rigidité et une résistance inférieures de la liaison pâte/granat par rapport à la pâte, suite à la présence de l'ITZ. Les valeurs des modules de rigidité, obtenues suite à l'utilisation de la CIN, sont confirmées par plusieurs types d'essais mécaniques. En ce qui concerne les échantillons dégradés, l'évolution du module d'Young et de la contrainte à la rupture en fonction du taux de dégradation chimique ont été analysées. Le module d'Young du composite subit une décroissance plus importante que celui de la pâte, attribuée à la dissolution chimique importante qui se produit au niveau de l'ITZ. En ce qui concerne la contrainte à la rupture, sa décroissance s'accélère pour les composites après l'observation de pré-fissures de l'interface suite à la dégradation chimique, avant même le chargement mécanique. Dès que l'ITZ est dégradée en intégralité, la perte d'adhésion entre pâte et granulat est totale. En revanche, la pâte de ciment présente des contraintes à la rupture non négligeables, laissant supposer une fissuration superficielle. Globalement, on peut noter que la perte d'adhésion entre la pâte et le granulat dans la zone dégradée se produit suite à une forte dissolution des hydrates et notamment de la portlandite, qui favorise la fissuration. Le protocole expérimental utilisé dans ce travail a permis une première investigation de la problématique abordée. Afin d'étendre le champ d'investigation au comportement mécanique du béton sain et dégradé à l'échelle locale, de nouveaux dispositifs appropriés ont été proposés et discutés.

## Abstract

**Key words:** Concrete, Leaching, Microstructure, Local Scale, Mechanical Tests

ITZ (Interfacial Transition Zone) is an area formed in the cement paste inside the concrete, around the aggregates, and which displays physical properties that influence the behaviour of the concrete subject to leaching. In order to assess the influence of ITZ on the chemo-mechanical behaviour of sound and degraded concrete at the local scale of the cement paste/aggregate interface, an experimental protocol was used. This protocol is based on cement paste and composite cement paste/aggregate samples with a square section of  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  to allow for the measurement of the chemical degradation degree and its impact on the mechanical properties of ITZ. The chemical degradation was carried out in a unidirectional manner, using an aggressive solution of ammonium nitrate. The degradation kinetics, expressed by the evolution of the degraded depth over time, was determined thanks to the digital image analysis on cross sections, following the grey level contrast between the sound and degraded areas. This analysis was supplemented by observations at the microstructure scale, Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) and micro indentation for the analysis of the spatial distribution of chemical dissolution and stiffness in the degraded area. At the local scale, mechanical tensile and shear tests were coupled with the Digital Image Correlation for the calculation of displacement and deformation. Regarding the kinetics of degradation, it has been observed that that of the bulk cement paste is proportional to the square root of time, while that of ITZ is initially similar, but undergoes a slight acceleration after a critical threshold. Chemical and mechanical analyses at the microstructure scale show the presence of a highly degraded zone and an intermediate degraded zone in the bulk cement paste and ITZ. However, the decalcification inside ITZ is more visible than at the level of the paste following the dissolution of the portlandite. At the local scale, mechanical tests on sound samples reveal lower stiffness and resistance of the cement paste/aggregate bond compared to the cement paste, due to the presence of ITZ. Strain measurements are confirmed following the comparison between the results of different types of tests and through a short numerical simulation deriving from experimental results. With regard to the degraded samples, it has been observed that Young's modulus and stress at rupture of the cement paste and composite samples decrease as a function of the chemical degradation rate, but with different amplitudes. The Young's modulus of composite decreases more than the one of the cement paste because of the significant chemical dissolution which occurs at the ITZ level. As far as the tensile stress at rupture is concerned, its decrease accelerates in the case of composites also showing the interfaces become pre-cracked following chemical degradation and before mechanical loading. When ITZ is completely degraded, the loss of adhesion between the cement paste and the aggregate is complete. In contrast, the degraded cement paste is featured by significant stress at rupture, indicating less deep cracking. Thus, overall, it can be observed that the loss of adhesion between the cement paste and the aggregate in the degraded zone occurs following a dissolution process which enhances cracking, without a fundamental effect of the kinetics of degradation. In fact, the experimental protocol outlined in this work has allowed for a global exploration of phenomena that can be further investigated. With a view to extending the field of observation on the mechanical behaviour of sound and degraded concrete at the local scale, new configurations and devices have been proposed or discussed.

## Rezumat extins

**Cuvinte cheie :** Beton, Levigare, Microstructură, Scara interfeței, Proprietăți Mecanice

În cazul structurilor proiectate pentru o durată de viață îndelungată, betonul este o soluție optimă cu privire la construcția și la comportamentul mecanic al acestora. Cu toate acestea, complexitatea materialului generată de structura sa compozită, face din durabilitate un aspect problematic, a cărui rezolvare necesită luarea în considerare a diferiților factori implicați.

Conceptul de durabilitate, care urmărește garantarea funcționării optime a structurilor în timpul duratei de viață preconizate, este amenințat de fenomene de origine chimică care au efecte asupra comportamentului mecanic al betonului. Este vorba despre factori de mediu sau interni care, favorizați de anumite particularități ale betonului, generează patologii care duc la degradarea materialului. Efectul lor la scara macrostructurii este important, deoarece prin fisurare pot genera rupturi locale și, în general, o reducere a capacității portante.

Comportamentul mecanic al betonului a fost studiat timp îndelungat, în principal la scara Volumului Elementar Reprezentativ (VER). În realitate, betonul este un material compozit format dintr-un schelet granular înglobat într-o matrice de ciment (pasta de ciment), ce permite apariția unei zone de tranziție inter-faciale (ITZ) care se formează în pasta din jurul agregatului. Această zonă are caracteristici care fac legătura pastă / agregat vulnerabilă la diferitele patologii menționate. Prin urmare, în cazul durabilității, studiile la scara VER nu sunt suficiente, deoarece considerarea comportamentului materialului la scara locală a legăturii pastă/agregat este necesară. Astfel de abordări devin posibile datorită îmbunătățirii metodelor experimentale, ce permit observații la scări din ce în ce mai reduse. În aceste condiții, la LMGC a fost dezvoltat un program de cercetare care are ca obiectiv modelarea comportamentului mecanic al betonului afectat de diverse patologii, prin integrarea proprietăților materialului la scara interfeței pastă de ciment/agregat. Aceste proprietăți sunt identificate experimental.

Una dintre patologiiile menționate este cea produsă prin levigare care apare în urma contactului betonului cu o soluție relativ acidă comparativ cu soluția interstițială de bază care ocupă porozitatea și care este în echilibru cu pasta de ciment. Consecința levigării este decalcifierea pastei, care avansează treptat în timp și generează scăderea proprietăților mecanice ale materialului în urma creșterii porozității.

Mecanismul de degradare este alcătuit în esență din două fenomene distincte: difuzia și disoluția. Propagarea levigării și cinetica sa este guvernată de difuzia soluției agresive la nivelul soluției interstițiale. Disoluția, în special cea a calciului, are loc la nivelul pastei pentru a asigura echilibrul cu soluția interstițială acidă.

ITZ, zona de pastă de ciment care se formează în jurul agregatelor, se diferențiază de miezul pastei printr-o porozitate mai mare și un conținut de substanțe chimice diferite. Aceste particularități au o importanță majoră în contextul levigării, deoarece fac din ITZ un mediu mai difuziv și favorabil disoluției chimice. Prin urmare, există riscul unei accelerări locale a cineticii degradării, dar și a unei creșteri accentuate a porozității generate de disoluție.

Din punctul de vedere al comportării mecanice, existența ITZ generează în starea nedegradată o legătură pastă de ciment/agregat mai puțin rezistentă și mai puțin rigidă decât pasta de ciment

propriu-zisă. Aceste caracteristici sunt determinate de porozitatea mai ridicată și de concentrația mai mare de substanțe chimice cu un nivel scăzut al proprietăților coezive, în primul rând portlandita, care prezintă și o solubilitate ridicată. În urma levigării, disoluția chimică din ITZ generează o diminuare importantă a proprietăților mecanice ale legăturii pastă/agregat ce repercutează asupra comportamentului mecanic global al betonului degradat.

Deși fenomenologia generată de levigare asupra comportamentului mecanic al betonului este cunoscută în sens general, aceasta fost abordată într-un mod mai degrabă indirect prin intermediul observațiilor pe probe din pastă de ciment și beton la scara VER. În aceste condiții, cunoașterea comportamentului mecanic al betonului la scara interfeței este necesară pentru a putea modela și estima apoi comportamentul mecanic al materialului și al structurilor degradate pe termen lung. În acest context, în timpul tezei lui Jebli a fost implementat un protocol experimental ce cuprinde încercări mecanice pe eșantioane din pastă de ciment și agregate la scara interfeței. Cercetarea prezentată în teza de față, a condus la o primă măsurare a proprietăților legăturii pastă/agregat supuse la întindere și forfecare, în starea degradată și nedegradată. Astfel, s-a confirmat pe cale experimentală că levigarea are un efect mai sever asupra proprietăților mecanice ale legăturii pastă/agregat decât asupra celor ale pastei, indicând în același timp necesitatea de a clarifica anumite aspecte legate de ITZ. Este vorba în special de cinetica degradării și de comportamentul mecanic, a căror observare localizată la nivelul zonei interfaciale, ar oferi o imagine mai exactă asupra mecanismului de degradare.

De fapt, într-o perspectivă mai largă a realizării unei identificări cantitative a parametrilor mecanici ai betonului degradat la scara interfeței pastă de ciment/agregat, este necesar mai întâi o recunoaștere globală a comportamentului său chimico-mecanic. Prin urmare, principalul obiectiv al acestei teze este acela de a evalua influența ITZ asupra comportamentului chimico-mecanic al legăturii pastă/agregat în starea degradată, luând ca referință pasta de ciment. Un obiectiv secundar, generat de primul, este reprezentat de adaptarea metodelor experimentale, utilă pe viitor în perspectiva studiului efectelor altor patologii și al betoanelor cu caracteristici diferite. În consecință, strategia adoptată presupune realizarea de analize chimice și încercări mecanice la scara microstructurii și la scara locală pe eșantioane cu o geometrie adaptată.

Mai concret, cele două direcții principale de studiu sunt cinetica degradării și proprietățile mecanice ale betonului la scara interfeței pastă/agregat. Eșantioanele utilizate pentru acest studiu sunt din pastă de ciment și compozite pastă/agregat cu o secțiune pătrată plată pentru a evalua înaintarea degradării chimice și efortul în timpul încărcării mecanice. În ceea ce privește înaintarea degradării chimice, acesta a fost măsurată la nivelul pastei și al ITZ pentru a determina cinetica degradării acestora. În ceea ce privește comportamentul mecanic al eșantioanelor la scara interfeței pastă/agregat, pentru început a fost abordată starea nedegradată prin intermediul unor configurații diferite. Apoi, evoluția proprietăților mecanice ale eșantioanelor degradate a fost analizată în funcție de înaintarea degradării, într-o singură configurație. Pentru a completa principalele direcții de studiu, au fost efectuate două tipuri de observații suplimentare pentru a susține rezultatele și a explica originea acestora. Aceste observații privesc disoluția chimică și proprietățile mecanice la scara microstructurii. Pe de o parte, analiza disoluției este necesară pentru a avea acces la evoluția spațială a gradului de degradare chimică, dar și pentru a valida măsurarea grosimii degradate. Pe de altă parte, observarea proprietăților mecanice la nivelul microstructurii permite comparații cu celelalte observații, cu care prezintă puncte comune (fie scara de observare, fie mărimile măsurate).

În cele din urmă, pe baza observațiilor făcute, se vor propune noi configurații pentru teste mecanice la scara interfeței pastă/agregat, în vederea identificării cantitative a parametrilor mecanici doriți.

În aceste condiții, eșantioanele fabricate, din pastă de ciment și compozite pastă de ciment/agregat cu secțiuni pătrată de 10x10 mm<sup>2</sup> și două forme diferite: paralelipipedice și Y răsturnat. Eșantioanele compozite paralelipipedice au fost produse cu două orientări diferite în ceea ce privește direcția de turnare: compozite turnate în poziții verticale și orizontale, a doua orientare fiind utilizată pentru a simula testarea sângerării în beton real. Degradarea chimică a fost obținută folosind nitratul de amoniu ca soluție agresivă pentru a permite o accelerare a degradării în comparație cu scenariul real, dar și un mod similar de propagare cu acesta. Această degradare a fost generată de contactul soluției agresive cu două fețe longitudinale opuse ale eșantioanelor paralelipipedice din pastă de ciment și compozite turnate în poziție verticală pentru a obține o degradare unidirecțională.

Ulterior protocolului de fabricare și condiționare a eșantioanelor, analizele efectuate au vizat realizarea unei comparații între comportamentul chimico-mecanică la nivelul pastei și la cel al interfeței, acesta din urmă sub influența ITZ. În ceea ce privește latura chimică a problemei, preocuparea principală a fost determinarea cineticii degradării pastei de ciment și a ITZ. Acest lucru a fost posibil prin măsurarea grosimilor degradate pentru mai multe durate de degradare în urma analizei imaginilor digitale ale secțiunilor, datorită contrastului dintre nivelurile de gri observate pe secțiunile dintre zona sănătoasă și zona degradată. Acest tip de analiză a fost completat de analiza concentrațiilor chimice, realizată prin Spectroscopie de raze X cu dispersie de energie (EDS) în mediu de Microscopie Electronică cu Baleiaj (MEB). Această analiză permite confirmarea grosimii degradate obținute prin analiza imaginii și evaluarea dizolvării calciului în ITZ și în pastă. Pentru a face trecerea spre latura mecanică a problemei, s-a utilizat microindentarea pentru a permite comparația dintre evoluția modului Young în zona degradată a pastei și cea a mărimilor caracteristice pentru disoluția chimică. Analiza testelor de microindentare este utilă și în ceea ce privește tranziția de scară, deoarece permite determinarea la scara microstructurii a unei mărimi, modulul Young, obținută și în urma prelucrării încercărilor mecanice la scară interfeței. Aceste încercări de la scara interfeței, de întindere și forfecare au fost efectuate pe eșantioane din pastă și compozite fiind cuplate cu corelația digitală a imaginii pentru calculul deplasărilor și deformațiilor. O atenție deosebită a fost acordată încercării de întindere pentru a reduce dispersia rezultatelor, folosind accesorii suplimentare pentru a minimiza defectele geometrice și impactul acestora.

Primul aspect abordat a fost cinetica degradării, care s-a exprimat prin evoluția în timp a grosimii degradate. Măsurarea grosimii degradate a fost posibilă datorită contrastului între nivelul de gri al zonei degradate (gri deschis) și cel al zonei nedegradate (gri închis). Analiza distribuțiilor nivelurilor de gri pe secțiuni transversale realizată grație scanării optice a permis delimitarea zonelor degradate și măsurarea grosimilor degradate. În ceea ce privește pasta de ciment, grosimea degradată are o evoluție proporțională cu rădăcina pătrată a timpului, factorul de proporționalitate fiind în concordanță cu valorile indicate în literatura de specialitate. Grosimea degradată a ITZ arată inițial o evoluție similară cu cea a pastei de ciment, dar se accelerează după un punct critic pentru a ajunge în cele din urmă la o diferență relativă maximă de aproximativ 10% atunci când ITZ este degradată în integralitate. Această accelerare a cineticii de degradare a ITZ este probabil un efect al creșterii difuzivității generate de porozitatea ridicată creată în urma disoluției semnificative.

Analiza disoluției chimice a fost realizată pentru o singură durată de degradare, pentru a compara amploarea și distribuția disoluției calciului în zona degradată a ITZ și a pastei. Această analiză a fost realizată pe eșantioane compozite turnate vertical, durata de degradare fiind prima pentru care s-au observat diferențe între grosimea degradată a pastei și ITZ. Metoda experimentală folosită, EDS-MEB, permite accesul la concentrațiile chimice elementare de-a lungul unor profiluri liniare. Indicatorul ales pentru a ilustra starea degradării chimice a fost raportul molar Calciu/Siliciu (Ca/Si), a cărui distribuție a fost obținută de-a lungul profilelor liniare la nivelul ITZ și al pastei. În principiu, s-a observat că zona degradată a ITZ și pastei este formată dintr-o zonă puternic degradată spre exterior și o zonă degradată intermediară între zona puternic degradată și cea nedegradată. În zona puternic degradată, raporturile Ca/Si sunt reduse, în timp ce în zona intermediară raporturile Ca / Si prezintă o variație accentuată între valorile reduse întâlnite în zona puternic degradată și cele ridicate întâlnite în zona nedegradată. În primul rând, delimitarea celor trei zone de degradare a făcut posibilă confirmarea grosimilor degradate măsurate prin analiza imaginii. În al doilea rând, distribuția valorilor punctuale Ca / Si a indicat o disoluție mai accentuată a portlanditei la nivelul ITZ în comparație cu pasta de ciment.

Ulterior, aceste rezultate chimice au fost comparate cu cele obținute prin microindentare utilizate pentru a determina evoluția modulului Young în zona degradată a pastei de ciment pentru aceeași durată de degradare ca în cazul analizei chimice. Micro indentarea, prin înregistrarea deformațiilor punctuale ale materialului în urma împingerii cu un instrument ascuțit, permite accesul la evoluția spațială a modulului lui Young în urma realizării de rețele de indentări punctuale. Rezultatele au indicat o distribuție spațială similară a modulului Young cu cea a raportului Ca/Si și a nivelului gri. Aceasta se manifestă prin existența acelorași zone de degradare: puternic degradată (modulul lui Young redus în comparație cu zona nedegradată), degradată intermediară (modulul lui Young mediu față de zona nedegradată) și zona nedegradată. Ținând cont că analiza imaginii indică, la rândul său, atât la nivelul pastei cât și la cel al ITZ, existența zonelor puternic degradate și degradate intermediare pentru toate duratele de degradare, această observație poate fi extrapolată la toate eșantioanele analizate. Totuși, scăderea modulului lui Young la nivelul ITZ poate fi mai ridicată, din cauza disoluției mai pronunțate. Acest aspect este util în interpretarea rezultatelor încercărilor mecanice, la nivelul cărora s-au realizat doar măsurători globale ale deformațiilor în vederea evaluării modulelor de elasticitate.

Încercările mecanice de întindere și forfecare au fost efectuate în primă fază în stare nedegradată pe toate tipurile de eșantioane pentru a investiga la nivel global particularitățile comportării mecanice la nivelul interfeței și al pastei. Caracterizarea rigidității și a ruperii eșantioanelor s-a efectuat pe baza curbelor de efort unitar/deformație obținute în zonele de interes solicitate la întindere sau forfecare. Deformațiile eșantioanelor au fost măsurate prin corelare de imagini numerice, tehnică ce permite măsurarea câmpurilor de deplasări și deformații pe o față filmată de-a lungul încercării. În general, efectul ITZ se manifestă la interfața pastă/agregat prin module de rigiditate (lui Young și de forfecare) și eforturi medii la rupere mai mici comparativ cu cele observate pe pastă. Efectul orientării turnării este vizibil, deoarece legătura pastă/agregat a compozitelor turnate orizontal este mai puțin rigidă și mai puțin rezistentă în comparație cu cea a compozitelor turnate vertical, indicând astfel o posibilă cale de studiere a efectului sângerării betonului. Aceste observații au fost completate de analiza distribuției câmpurilor de deformații pe întreaga față analizată a eșantionului. În urma acestei analize, s-a observat că ruperea pastei apare în urma unui efort complex, caracterizat în special printr-o concentrare localizată a întinderii. În

cea ce privește încercările de forfecare pe eșantioane în formă de Y răsturnat, rezultatele lor au fost analizate pentru a le confirma cele obținute în urma celorlalte tipuri de teste. Modulele de forfecare măsurate pe eșantioanele din pastă și compozite în formă de Y răsturnat sunt în concordanță cu cele măsurate pe eșantioane paralelipipedice, confirmând în primă instanță valorile obținute prin corelare de imagini. În plus, pe eșantioanele în formă de Y răsturnat, valoarea măsurată a modului lui Young al pastei, precum și efectul ITZ în diminuarea rigidității la interfață au fost confirmate printr-o simulare în domeniul elastic ce evaluează rigiditatea totală.

Ulterior efectuării testelor pe eșantioane nedegradate, efectul levigării asupra comportamentului mecanic al pastei și al legăturii pastă/agregat a fost analizat în urma testelor de întindere pe eșantioane paralelipipedice din pastă și compozite turnate vertical. Această configurație a fost aleasă pe de o parte pentru a aplica efortul mecanic cel mai agresiv pentru material (întindere). Pe de altă parte, utilizarea compozitelor turnate vertical a fost aleasă pentru a permite crearea unei legături suficient de puternice pentru a putea observa comportarea interfeței pe un interval de timp suficient de lung înainte de desprinderea acesteia. Având în vedere aceste aspecte, evoluția proprietăților mecanice a fost analizată pentru mai multe durate de degradare, în funcție de înaintarea degradării chimice. Mărimea aleasă pentru a caracteriza înaintarea degradării a fost rata degradării chimice. Calculul acestei mărimi, care este egală cu raportul dintre suprafața zonei degradate și suprafața totală a secțiunii transversale, a fost posibil datorită cunoașterii grosimilor degradate. Pentru eșantioanele compozite, rata de degradare chimică a fost calculată la interfață și considerată reprezentativă pentru ITZ. În ceea ce privește comportamentul mecanic, modulul lui Young și efortul de întindere al eșantioanelor din pastă și compozite scad o dată cu creșterea ratei de degradare chimice, dar cu amplitudini diferite. Scăderea modului Young al compozitului în funcție de rata de degradare chimică este mai mare decât cea observată pe pastă, ca efect al disoluției chimice semnificative care apare în ITZ, fapt sugerat și de corelarea rezultatelor analizei chimice și al microindentării. O comparație între modulele lui Young ale pastei nedegradate și degradate obținute prin micro-indentare și încercări mecanice a indicat valori medii apropiate (diferență mai mică de 10%), dar niveluri de dispersie diferite. Explicația este că dispersia valorilor obținute prin microindentare (coeficient de variație mai mic de 10%) este mai puțin afectat de condițiile de instalare decât cele obținute în urma încercării de întindere (coeficient de variație de aproximativ 20%). În ceea ce privește ruperea, s-a observat că ruperea finală este precedată în general de fisurare care apare pe fața observată (puternic degradată). Pe eșantioanele în pastă, efortul la momentul inițierii fisurii prezintă o scădere accentuată în urma creșterii ratei de degradare chimică, care ajunge chiar la zero atunci când eșantioanele devin pre fisurate înainte de încărcare. Cu toate acestea, evoluția efortului la rupere, care prezintă o scădere mai puțin accentuată și cvasi-liniară sugerează că fisurarea este limitată la o zonă superficială. În cazul compozitelor, eforturile la rupere urmează inițial o tendință similară cu cea a pastei, atunci când ruperea se produce la nivelul pastei. Această tendință se schimbă însă atunci când prefisurarea apare la interfață. După acest moment, ruperile apar la interfață pentru solicitări care scad accelerat până la zero pentru o rată de degradare chimică de 100%, ceea ce indică o desprindere completă a interfeței în zona degradată. O observație generală a comportării mecanice la interfață (rigiditate, fisurare, rupere) în comparație cu cea a pastei, indică faptul că pierderea aderenței dintre pastă și agregat are loc în mod progresiv, dar accelerat. Acest fenomen este favorizat inițial de disoluția chimică importantă de la nivelul ITZ iar apoi accentuat de fisurarea interfețelor.

În urma observațiilor făcute și a recurgerii la literatura de specialitate, a fost propusă o nouă configurație pentru încercarea de întindere cu scopul de a permite măsurarea rezistenței pastei și a legăturii pastă/agregat, nedegradată și degradată. Această configurație, care implică geometrii cu margini rotunjite, a fost dimensionată într-un stadiu preliminar pentru a obține rupeți prin întindere la nivelurile zonelor analizate.

Cumulativ, făcând un bilanț al rezultatelor obținute experimental, concluzia principală se referă la mecanismul prin care zona de tranziție ITZ influențează comportamentul interfeței degradate / agregate supusă levigării. În primul rând, apare o accelerare a cineticii degradării ITZ în comparație cu pasta datorită creșterii semnificative a porozității generate de dizolvarea portlanditei. Cu toate acestea, diferența relativă rămâne mică. Pe de altă parte, degradarea chimică mai accentuată a ITZ duce la o scădere semnificativ mai mare a proprietăților mecanice ale legăturii de pastă / agregat în comparație cu pasta. În cele din urmă, pierderea de aderență de pastă / agregat în zona degradată este completă.

O a doua direcție de studiu a vizat adaptarea metodelor de investigare a proprietăților chimice și mecanice a betonului la scara locală a interfeței pastă/agregat. Cuplarea dintre analiza a imaginii și EDS a fost utilizată pentru a determina grosimea degradată și evoluția spațială a disoluției calciului în zona degradată. Încă de la scara microstructurii, microindentarea a subliniat o evoluție similară a modulului lui Young al pastei cu cea a mărimilor măsurate prin analiza imaginii și EDS. La scara interfeței pastă/agregat, a fost propusă o nouă modalitate de a simula efectul sângerării asupra interfeței prin modificarea orientării eșantionului în timpul fabricației. Analiza câmpurilor de deplasare a făcut posibilă detectarea fisurii în timpul încercărilor mecanice și a nivelului de forță pentru care se produce. În urma observării câmpurilor de deformare, a fost propusă o nouă configurație pentru încercarea de întindere pentru a măsura rezistența la tracțiune a pastei și a legăturii de pastă/agregat.

Perspectivile lucrării, care sunt legate de identificarea parametrilor mecanici la scara interfeței pentru alimentarea modelelor numerice la scara macroscopică vor fi abordate în cele ce urmează.

În primul rând, se prevede adaptarea protocolului experimental pus în aplicare pentru a determina relațiile constitutive ale betonului la scară interfeței ei (pastă, agregat, legătura pastă/agregat) în diferite scenarii (diferite patologii și **compoziții**). Implementarea relațiilor constitutive obținute experimental în modele numerice este condiționată de cuantificarea parametrilor mecanici studiați.

Utilizarea tehnicilor de observare optică pentru a determina evoluția spațială a proprietăților mecanice ale pastei și ale ITZ în zona degradată poate fi o cale care simplifică procedura experimentală, dar care necesită validare prin analize suplimentare. Această perspectivă se bazează pe o observație făcută în acest studiu, potrivit căreia evoluția nivelului gri în zona degradată a pastei de ciment este similară cu cea a modulului Young. Avantajul acestei abordări ar consta în posibilitatea de a utiliza o tehnică de măsură simplă, analiza de imagini optice, pentru a determina mărimi ale căror măsurare implică constrângeri semnificativ mai mari. Validarea pe loturi reprezentative de eșantioane ar putea permite extrapolarea rezultatelor la o gamă mai largă de cazuri.

La scară interfeței pastă/agregat, se prevede pe termen mediu determinarea relațiilor constitutive de comportare a pastei și a legăturii pastă/agregat în întindere și forfecare. În acest context, o

provocare ar fi obținerea de ruperi într-o stare de efort simplă (tracțiune sau forfecare). O astfel de situație ar face posibilă determinarea rezistențelor mecanice ale pastei și a legăturii pastă/agregat.

Ca parte a actualului program de cercetare, sunt în curs de desfășurare alte tipuri de încercări care includ solicitări mecanice complexe. Obiectivul acestor încercări este de a determina criteriul de rupere, dar și energia de fisurare a pastei de ciment și a legăturii pastă/agregat. În general, în timpul acestui studiu, s-a observat că dificultatea de a efectua teste mecanice fiabile constă, mai ales, în controlul condițiilor la limită. În acest context, pentru a facilita efectuarea încercărilor mecanice, a fost conceput un nou dispozitiv de testare. Dispozitivul destinat să răspundă solicitărilor menționate este un banc de încercare modulabil.

Principiul acestui dispozitiv constă în posibilitatea de a efectua mai multe tipuri de încercări pe același cadru de bază prin adaptarea suportului și a sistemului de încărcare. Avantajele sale sunt reprezentate de controlul condițiilor la limită (încărcare și reazeme) și observarea eșantionului în ansamblu prin corelare de imagini numerice. Pe acest dispozitiv, alături de încărcarea verticală activă, este posibilă o încărcare orizontală pasivă. Acest dispozitiv face posibilă efectuarea de încercări de încovoiere, forfecare, compresiune și wedge splitting în diferite configurații. În acest moment, acest dispozitiv este utilizat pentru teste de încovoiere în poziție variabilă pentru a studia ruperea și propagarea fisurării eșantioanelor în moduri mixte de întindere și forfecare.

În ceea ce privește implementarea relațiilor constitutive obținute experimental în modele care simulează comportamentul betonului la scări mai mari, aceasta depinde, de asemenea, de gradul de fidelitate între materialul model și cel real. Pentru a compara cele două cazuri, se pot efectua analize la scara microstructurii. Un mod de a reduce decalajul dintre proprietățile eșantioanelor la scara interfeței utilizate pentru studiul experimental și betonul real este de a folosi eșantioane din mortar și compozit mortar/agregat. Acest tip de eșantioane ar face posibilă obținerea unei distribuții spațiale mai realiste a pastei și a agregatului, utilă pentru validarea observațiilor făcute în cazul mai simplu, cel al eșantioanelor din pastă și compozite pastă/agregat.

O altă direcție viitoare a cercetării avută în vedere este reprezentată de îmbunătățirea și adaptarea tehnicilor de corelare a imaginilor numerice pentru a determina parametrii mecanici la nivelul interfeței pastă/agregat. Aceste aspecte sunt problematice în cazul betonului de înaltă performanță care are grosimi reduse ale ITZ și, prin urmare, gradientii ai proprietăților mecanice dificil de detectat. Tehnicile de analiză inversă bazate pe interpretarea câmpurilor de deplasare și deformare pot fi utilizate pentru a identifica acești parametri. O scurtă simulare a comportamentului mecanic în domeniul elastic al eșantioanelor în formă de Y răsturnat, realizată în lucrarea de față reprezintă o abordare a problemei care este orientată în acest sens. Abordarea prezentată se poate dovedi utilă și pentru măsurarea contracției, ce reprezintă un aspect esențial în comportamentul mecanic al interfețelor pastă/agregat, dar și al celui al pastei.

Luând în considerare toate aceste aspecte, obiectivul pe termen mediu este de a valida, experimental, modele numerice care integrează parametrii mecanici identificați la scara locală pentru a simula comportamentul mecanic al betonului la scară macroscopică. În această perspectivă, o primă validare intermediară a modelelor numerice este planificată la scara mezoscopică, cea a ansamblurilor de agregate legate prin pastă.

# Table des matières

<b>1. Introduction générale.....</b>	<b>13</b>
1.1. Contexte – La durabilité du béton.....	14
1.2. Problématique de recherche – La lixiviation du béton.....	15
1.3. Étude expérimentale du comportement chimio-mécanique du béton à l'échelle locale	15
1.4. Organisation du manuscrit.....	16
<b>2. Influence de l'ITZ sur le comportement du béton .....</b>	<b>18</b>
2.1. Structure du matériau béton .....	19
2.1.1. Granulats.....	19
2.1.2. Pâte de ciment.....	20
2.1.3. Interphase (ITZ).....	25
2.1.4. Propriétés physico – chimiques de l'ITZ.....	26
2.1.5. Facteurs d'influence sur les propriétés physiques de l'ITZ .....	28
2.2. Comportement mécanique du béton .....	31
2.2.1. Essais de compression et de traction .....	31
2.2.2. Influence de l'ITZ sur le comportement mécanique du béton sain.....	32
2.3. Influence de l'ITZ sur le comportement mécanique du béton lixivié.....	34
2.3.1. Mécanisme de dégradation chimique .....	34
2.3.2. Effets de la lixiviation sur le béton .....	36
2.4. Conclusion .....	40
<b>3. Matériaux et protocoles.....</b>	<b>41</b>
3.1. Introduction.....	42
3.2. Choix des types de ciment et de granulat .....	43
3.3. Fabrication des échantillons à l'échelle locale .....	44
3.4. Méthode de lixiviation accélérée .....	49
3.5. Observations à l'échelle de la microstructure .....	52
3.5.1. Cinétique de dégradation.....	52
3.5.2. Préparation des échantillons pour des analyses EDS et micro indentation.....	55
3.5.3. Analyse de la dissolution chimique par EDS.....	57
3.5.4. Micro indentation.....	60
3.6. Essais mécaniques à l'échelle locale.....	65
3.6.1. Présentation générale du dispositif d'essai .....	65
3.6.2. Essai de traction.....	69
3.6.3. Essai de cisaillement sur des échantillons parallélépipédiques .....	76
3.6.4. Essai de cisaillement sur des échantillons en forme de Y inversé.....	77
3.7. Conclusion .....	79
<b>4. Analyse des propriétés chimio-mécaniques du béton à l'échelle locale.....</b>	<b>82</b>
4.1. Introduction.....	83

4.2.	Analyses à l'échelle de la microstructure.....	84
4.2.1.	Cinétique de dégradation.....	84
4.2.2.	Caractérisation de la dissolution au niveau de l'ITZ.....	90
4.2.3.	Caractérisation des propriétés mécaniques des échantillons dégradés à l'échelle de la microstructure.....	97
4.2.4.	Conclusion.....	101
4.3.	Étude à l'échelle locale des propriétés mécaniques du matériau sain.....	102
4.3.1.	Traction.....	102
4.3.2.	Cisaillement sur échantillons parallélépipédiques.....	108
4.3.3.	Essai de cisaillement sur échantillons en forme de Y inversé.....	113
4.3.4.	Conclusion.....	121
4.4.	Influence de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale	123
4.4.1.	Evolution des propriétés mécaniques.....	123
4.4.2.	Observation de la fissuration.....	130
4.4.3.	Conclusion.....	135
4.5.	Conclusion générale de la partie résultats.....	137
<b>5.</b>	<b>Conclusion générale.....</b>	<b>139</b>
<b>6.</b>	<b>Perspectives.....</b>	<b>144</b>
<b>Annexe A.</b>	<b>Fiche technique du ciment utilisé.....</b>	<b>147</b>
<b>Annexe B.</b>	<b>Proposition d'une configuration d'essai de traction pour déterminer la résistance de la pâte et de la liaison pâte/granulat.....</b>	<b>148</b>
<b>Annexe C.</b>	<b>Conception d'un dispositif adaptable pour des essais mécaniques complexes</b>	<b>151</b>
<b>7.</b>	<b>Bibliographie.....</b>	<b>155</b>

## **1. Introduction générale**

## 1.1. Contexte – La durabilité du béton

Dans le cas des structures prévues pour de longues durées de vie, le béton est une solution optimale qui facilite la mise en place et un comportement mécanique convenable à long terme. Cependant, la formulation du matériau, ainsi que sa microstructure complexe, rendent difficile l'étude de sa durabilité qui implique de nombreux facteurs et phénomènes de natures différentes.

Le concept de durabilité, qui a comme finalité de garantir le fonctionnement optimal des structures pendant la durée de vie prévue, est menacé par des phénomènes d'origine chimique qui ont des effets sur le comportement mécanique du béton. Ce sont des facteurs environnementaux ou internes qui, favorisés par certaines spécificités du béton, génèrent des pathologies qui ont comme conséquence la dégradation du matériau.

Parmi les causes les plus récurrentes des pathologies, on peut citer la carbonatation, la réaction alkali-granulats, la réaction sulfatique interne, la lixiviation. Ce genre de pathologies s'amorce à l'échelle de la microstructure suite à des réactions chimiques qui modifient les équilibres internes existant entre les différentes phases. Leur effet est important car, à travers la fissuration, ces réactions peuvent générer des ruines locales et, globalement, une réduction de la tenue mécanique des structures.

Depuis longtemps, le comportement mécanique du béton a été étudié principalement à l'échelle du Volume Élémentaire Représentatif (VER). Cependant, le béton est un matériau composite formé d'inclusions granulaires noyées dans une matrice cimentaire (pâte de ciment), donnant naissance à une zone de transition interfaciale, dite ITZ (Interfacial Transition Zone), qui se forme dans la pâte autour des granulats. Cette zone présente des caractéristiques qui rendent la liaison pâte/granulat vulnérable face aux différentes pathologies évoquées. Dans le cas de la durabilité, les études à l'échelle du VER ne sont donc pas suffisantes, car la prise en compte du comportement du matériau à l'échelle locale de la liaison pâte/granulat est nécessaire. Dans ce contexte un programme expérimental a été développé au LMGC de Montpellier pour modéliser le comportement mécanique du béton atteint par diverses pathologies avec prise en compte des propriétés interfaciales. Ce programme est basé sur une approche multi-physique et multi-échelle. Il vise la modélisation du comportement mécanique du béton dégradé à l'échelle du VER, par l'intégration des propriétés mécaniques à l'échelle locale identifiées expérimentalement, pour permettre à terme des calculs de structures (Figure 1).

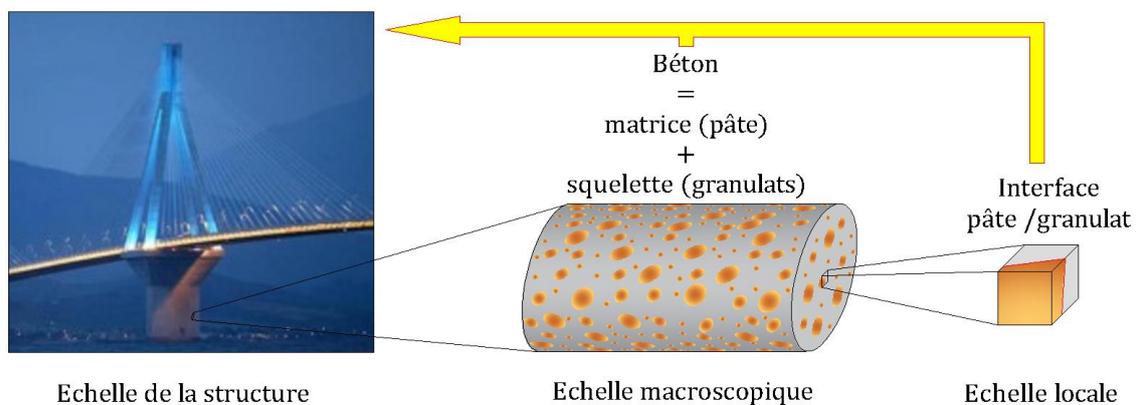


Figure 1 Principe de l'approche multi-échelle

## **1.2. Problématique de recherche – La lixiviation du béton**

Une des pathologies évoquées est celle produite par la lixiviation qui apparaît suite au contact du béton avec une solution plus acide que la solution interstitielle basique qui occupe les pores et qui est en équilibre avec la pâte de ciment. Ainsi, on assiste à une décalcification qui avance progressivement dans le temps et génère la dégradation des propriétés mécaniques du matériau suite à l'augmentation de la porosité.

Le mécanisme de dégradation se déroule à travers deux phénomènes principaux : la diffusion de la solution agressive et la dissolution des hydrates. La propagation du front de lixiviation et sa cinétique sont gouvernées par la diffusion de la solution agressive dans la solution interstitielle. La dissolution, notamment du Calcium, se produit au niveau de la pâte pour assurer l'équilibre avec la solution interstitielle acidifiée.

L'ITZ est une zone de la pâte de ciment qui se forme autour des granulats sur des épaisseurs de l'ordre de quelques dizaines de microns, ayant des propriétés physiques différentes par rapport au cœur de la pâte. Il s'agit généralement d'une porosité supérieure et d'une teneur en espèces chimiques différente. Ces particularités sont d'une importance majeure dans le contexte de la lixiviation car elles font de l'ITZ un environnement plus diffusif et plus favorable à la dissolution chimique. Il existe donc un risque objectif d'une accélération locale de la cinétique de dégradation, mais aussi d'une forte augmentation de la porosité, avec un effet important sur l'adhésion de la pâte au granulat.

Dans le contexte d'étude du comportement du béton à l'échelle locale, un protocole expérimental a été mis en place pendant la thèse de Jebli (Jebli, 2016). Ce protocole consistait à créer une liaison pâte de ciment/granulat et à déterminer les propriétés mécaniques. La thèse de Jebli a montré, d'une manière générale, que l'effet de la lixiviation est plus notable sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat que sur celles de la pâte. Elle a également montré la nécessité de clarifier certains aspects liés à l'ITZ. Il s'agissait surtout de réaliser des mesures plus localisées de sa cinétique de dégradation et du comportement mécanique dans la zone interfaciale, afin de mieux préciser le rôle de l'ITZ dans le mécanisme de dégradation.

## **1.3. Étude expérimentale du comportement chimio-mécanique du béton à l'échelle locale**

Dans la perspective de réaliser une identification quantitative des paramètres mécaniques du béton dégradé à l'échelle locale, il est nécessaire d'avoir une bonne connaissance de son comportement chimio-mécanique. La présente thèse s'inscrit dans ce cadre et a pour objectif d'évaluer l'influence de l'ITZ sur le comportement chimio-mécanique de la liaison pâte de ciment/granulat saine et dégradée, en prenant comme référence la pâte de ciment. La stratégie adoptée est de réaliser des analyses chimiques et des essais mécaniques à l'échelle de la microstructure et à l'échelle locale sur des échantillons ayant une géométrie appropriée.

Plus concrètement, les deux voies d'étude choisies portent sur la cinétique de dégradation et les propriétés mécaniques du béton à l'échelle locale. Afin de pouvoir étudier ces aspects, une géométrie simple, mais compatible, a été favorisée. Il s'agit d'utiliser des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment/granulat avec une section carrée. Ces échantillons sont utilisés pour évaluer l'avancement de la dégradation chimique et la contrainte globale sous chargement mécanique. L'avancement de la dégradation chimique sera mesuré au niveau de la pâte et de l'ITZ afin de déterminer leur cinétique de dégradation. En ce qui concerne le comportement mécanique des échantillons à l'échelle locale, un premier volet sera dédié à l'état sain et impliquera des

configurations et des types de sollicitations mécaniques différents. L'évolution des propriétés mécaniques des échantillons dégradés à l'échelle locale sera analysée en fonction de l'avancement de la dégradation, dans une seule configuration. Afin de compléter les voies principales d'étude, deux types d'observation seront réalisés pour étayer les résultats et tenter d'en expliquer l'origine. Il s'agit des observations sur la dissolution chimique et les propriétés mécaniques à l'échelle de la microstructure. D'une part, l'analyse de la dissolution est nécessaire pour accéder à l'évolution spatiale de la dégradation chimique, mais également pour valider la mesure de l'épaisseur dégradée. D'autre part, l'observation des propriétés mécaniques au niveau de la microstructure permet des comparaisons avec d'autres observations possédant des points communs (soit l'échelle d'observation, soit les grandeurs concernées). Finalement, à partir d'observations réalisées sur les résultats déjà obtenus, de nouvelles configurations seront proposées pour des essais mécaniques à l'échelle locale, dans la perspective d'identifier quantitativement les paramètres mécaniques appropriés.

#### **1.4. Organisation du manuscrit**

Ce manuscrit est organisé en trois chapitres principaux, une introduction générale, des conclusions et des perspectives pour l'avenir.

Le premier chapitre « Influence de l'ITZ sur le comportement du béton » est une revue bibliographique centrée sur l'influence de l'ITZ sur le comportement mécanique du béton dégradé par lixiviation. Dans un premier temps, les particularités physiques de l'ITZ et leur impact sur le comportement du béton à l'état sain seront présentés. Ensuite, les scénarios par lesquels les particularités de l'ITZ influencent le comportement mécanique du béton dégradé seront abordés, relevant la nécessité d'une étude pointue à l'échelle locale.

Le chapitre « Matériaux et protocoles » est une présentation des matériaux et des méthodes employées dans la fabrication, le conditionnement et l'analyse des propriétés physico-chimiques des échantillons. Il s'agit des échantillons en pâte de ciment et granulats avec des formes parallélépipédiques et en forme d'Y inversé, dont la formulation est compatible avec celle des bétons utilisés dans le cas des structures réelles. La méthode de dégradation par une solution de nitrate d'ammonium a été choisie afin de garantir un scénario similaire à celui de référence dans l'eau, mais avec une vitesse supérieure. En ce qui concerne l'analyse de la cinétique de dégradation, le contraste de niveaux de gris entre les zones saine et dégradée a permis leur délimitation par analyse numérique d'image afin de mesurer l'épaisseur dégradée. La Microscopie Électronique à Balayage (MEB) a été utilisée pour observer l'étendue et l'ampleur de la décalcification au niveau de l'ITZ et de la pâte. La micro-indentation a été utilisée pour mesurer le module d'Young dans les zones saine et dégradée de la pâte. A l'échelle locale, les essais mécaniques de traction et de cisaillement ont été couplés avec des techniques de corrélation de l'images numériques pour la mesure des champs de déplacements et déformations. Dans ce contexte d'essais non normalisés, l'optimisation des dispositifs expérimentaux, ainsi que la confrontation des résultats des différents types d'essais, ont servi à confirmer les résultats expérimentaux.

Le chapitre « Analyse des propriétés chimio-mécaniques du béton à l'échelle locale » présente les résultats de la caractérisation de la dégradation chimique et des essais mécaniques ainsi que leurs analyses. Les cinétiques de dégradation de la pâte et de l'ITZ, représentées par la variation de l'épaisseur dégradée dans le temps, seront déterminées et comparées. Ensuite, à travers l'analyse des concentrations chimiques élémentaires au niveau de la pâte et de l'ITZ, l'ampleur de la décalcification sera évaluée et l'épaisseur dégradée mesurée par l'analyse d'images. La micro-

indentation dans la zone dégradée permettra, par la mesure du module d'Young, la comparaison de son évolution spatiale avec celle des grandeurs issues des analyses chimiques et d'images, .

Les essais mécaniques à l'échelle locale sur des échantillons sains, permettront de comparer en termes de rigidité et de force à la rupture, les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et de la liaison pâte de ciment/granulat. Les échantillons composites ont été réalisés avec deux sens de coulage différents afin de donner un aperçu sur la variabilité possible de l'adhésion entre pâte et granulats. A l'état dégradé, les essais de traction permettront l'analyse de l'évolution des propriétés mécaniques des échantillons en pâte et des composites pâte/granulat en fonction de l'avancement de la dégradation. L'avancement de la dégradation est caractérisé par le taux de dégradation chimique, comme rapport entre l'aire de la zone dégradée et l'aire totale de la section transversale. L'évolution du module d'Young et de la contrainte à la rupture, mais aussi la présence de la fissuration sur des échantillons en pâte et composites, seront comparées pour évaluer l'influence de l'ITZ. Une comparaison sera faite également entre les valeurs du module d'Young obtenues par micro-indentation et celles obtenues par essais mécaniques pour confirmer la cohérence des observations réalisées aux deux échelles différentes, de la microstructure et locale. Ensuite, basée sur l'ensemble des observations, une nouvelle configuration du dispositif expérimental sera proposée pour l'essai de traction afin de permettre la détermination des paramètres mécaniques de la pâte et de la liaison pâte/granulat aux états sain et dégradé.

Finalement, les conclusions et les perspectives pour l'avenir porteront sur le mécanisme par lequel l'ITZ influence le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat et l'utilisation de nouvelles techniques et dispositifs expérimentaux pour l'identification des paramètres mécaniques recherchés.

## **2. Influence de l'ITZ sur le comportement du béton**

## 2.1. Structure du matériau béton

Le béton est un matériau composite formé par une matrice cimentaire (pâte de ciment) qui enrobe les granulats (Figure 2). La pâte de ciment remplit le rôle de liant entre les granulats. Les propriétés mécaniques et la durabilité du béton sont conditionnées par le type et le dosage de ces constituants. Dans le choix de la formulation, le type de ciment, le rapport eau/ciment et le cas échéant, les adjuvants, sont choisis afin de répondre à des critères de résistance mécanique ou de durabilité dans des conditions d'exploitation agressives (ouvrage souterrains, ouvrages en contact avec l'eau). En ce qui concerne les granulats, selon leur type (concassés ou roulés) et leur nature minéralogique (calcaire ou silice), ils ont des résistances et des rigidités différentes et développent des liaisons plus ou moins fortes avec la pâte de ciment ou peuvent être concernés par des phénomènes chimiques parasites.

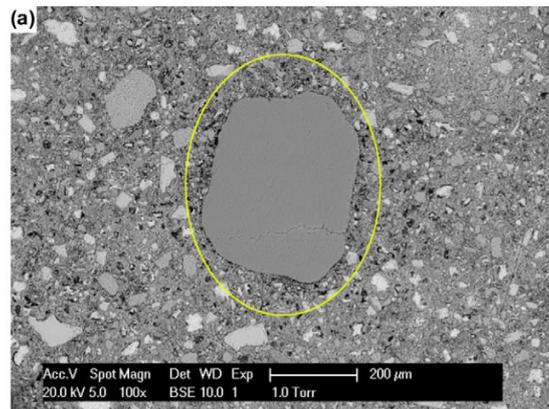


Figure 2 Structure du matériau béton : des granulats noyés dans la matrice cimentaire (Gao et al., 2013)

### 2.1.1. Granulats

En volume et en masse, les granulats sont les principaux composants du béton, car ils occupent environ deux tiers de son volume. Leur rôle est de réduire le coût de fabrication du matériau et d'assurer sa stabilité dimensionnelle, en limitant le retrait. Les granulats peuvent être classés en fonction de leurs dimensions, formes, natures minéralogiques et propriétés physico-chimiques. Ces caractéristiques peuvent conditionner le comportement mécanique et la durabilité du béton.

En fonction de leur taille, les granulats sont distribués dans des classes granulaires dont on distingue deux grandes catégories : les sables (diamètre entre 0 et 4 mm) et les graviers (diamètre supérieur à 4 mm). L'intérêt d'utiliser plusieurs classes granulaires est d'obtenir un mélange granulaire avec une compacité maximale. Ainsi, on diminue la quantité de ciment nécessaire pour enrober tous les granulats et on diminue l'épaisseur maximale de pâte, ce qui est souhaitable.

En ce qui concerne la forme, on distingue deux types de granulats : les granulats roulés et les granulats concassés. Les granulats roulés possèdent des formes arrondies et sont issus des lits de rivières. Les granulats concassés sont obtenus à partir de roches massives extraites dans des carrières et ensuite broyées et criblées pour constituer les classes granulaires souhaitées. L'avantage de l'utilisation des granulats concassés est que leur surface rugueuse permet une meilleure adhérence avec la pâte de ciment (Prokopski and Halbiniak, 2000; Rao and Prasad, 2002). Hormis ces deux types de granulats classiques, un autre type commence à être utilisé de plus en plus : les granulats recyclés, qui sont obtenus suite à la démolition des structures en béton sorties d'usage.

Du point de vue de la nature minéralogique, les granulats les plus employés sont issus de roches siliceuses ou calcaires. Les roches siliceuses ont l'avantage de posséder généralement des résistances mécaniques très élevées et peuvent participer ainsi au développement des propriétés mécaniques du béton. Les granulats calcaires, quant à eux, même s'ils ont généralement des caractéristiques mécaniques propres plus défavorables, possèdent l'avantage d'assurer une meilleure adhésion de la pâte de ciment durcie.

### 2.1.2. Pâte de ciment

La pâte de ciment durcie est obtenue par l'hydratation du ciment anhydre suite au mélange avec l'eau. Les produits chimiques d'hydratation obtenus confèrent à la pâte de ciment durcie ses propriétés chimiques et mécaniques. Ces propriétés dépendent du rapport E/C, du type de ciment et des adjuvants utilisés.

Du point de vue chimique, le ciment est un mélange d'oxydes de Calcium *Ca*, de silicium *Si* d'aluminium *Al*, et de fer *Fe* qui réagissent avec l'eau. La présence de ces oxydes dans les matériaux cimentaires classiques a donné naissance à une notation cimentaire conventionnelle (Tableau 1), qui sera utilisée aussi dans cette étude, à savoir :

Dénomination	Espèce chimique	Notation cimentière
Chaux vive	$CaO$	<i>C</i>
Silice	$SiO_2$	<i>S</i>
Alumine	$Al_2O_3$	<i>A</i>
Oxyde de Fer	$Fe_2O_3$	<i>F</i>
Eau	$H_2O$	<i>H</i>
Trioxyde de soufre	$SO_3$	$\bar{S}$

Tableau 1 Notation cimentière conventionnelle

En ce qui concerne le ciment anhydre, sa composante de base est le clinker, qui est obtenu suite au broyage fin du calcaire et de l'argile, et à la cuisson à très haute température. Suite à la cuisson de l'argile et du calcaire finement broyé, des réactions chimiques donnent naissance à une roche qui est composée de silicates de Calcium et d'aluminates de Calcium anhydres. Cette roche est broyée de nouveau à une granularité fine afin d'être intégrée dans le produit final, le ciment anhydre, avec les autres composantes secondaires, telles que le plâtre, les pouzzolanes et les fillers. Les différents composants du clinker, ainsi que les intervalles habituels de leurs pourcentages sont présentés dans le Tableau 2 :

Dénomination	Formule chimique (notation cimentière)	Pourcentage
Silicate tricalcique (allite)	$C_3S$	45-80%
Silicate bicalcique (bélite)	$C_2S$	5-30%
Aluminate tricalcique	$C_3A$	1-15%
Aluminoferrite tétra calcique	$C_4AF$	1-15%

Tableau 2 Composition chimique du clinker

En fonction de leur composition chimique, définie par les pourcentages du clinker et des principaux composants secondaires, les ciments sont répartis en 5 classes (Tableau 3). Le ciment CEMI, appelée aussi ciment Portland pur est formé par une grande quantité de clinker (minimum 95%) et

moins de 5% de composants secondaires, dont notamment le plâtre pour régler la prise. Les autres types de ciments sont obtenus par la combinaison du clinker avec des composants secondaires dans des proportions diverses. Parmi ces composants secondaires, les pouzzolanes (fumée de silice, laitier de haut fourneau, cendres volantes, pouzzolanes naturelles) ont le rôle de modifier la composition chimique de la matrice cimentaire par la formation des silicates de Calcium hydratés supplémentaires suite à la réaction de la silice avec la portlandite. A part les pouzzolanes, d'autres composants secondaires, les fillers, contribuent à assurer une meilleure compacité.

Appellation normalisée	Dénomination alternative	Clinker	Composantes secondaires
CEM I	Portland pur	>95%	<5%
CEM II	Portland composé	65%-95%	5-35%
CEM III	De haut fourneau	5-64%	Laitier de haut fourneau : 36-95%
CEM IV	Pouzzolanique	45-89%	Pouzzolanes : 11-55%
CEM V	Pouzzolanique au laitier	18-50%	Cendres volantes/pouzzolanes : 18-50% Laitier de haut fourneau : 18-50%

Tableau 3 Différents types de ciment

En dehors du clinker et des composants secondaires, les autres produits qui entrent dans la composition de la pâte sont les adjuvants. Ce sont des produits introduits en faible quantité lors du malaxage afin d'améliorer certaines propriétés du béton. Il s'agit de réguler l'ouvrabilité, la prise, les propriétés physiques ou la cure du béton.

L'usage des adjuvants, en accompagnant le clinker et les composants secondaires, dans certaines proportions peut aboutir à l'obtention des bétons hautes performances. Dans ce sens, les adjuvants destinés à régler l'ouvrabilité du béton, tels que les super plastifiants (ou hauts réducteurs d'eau) ont un rôle majeur. Cela, puisqu'une des difficultés rencontrées dans la réalisation du béton hautes performances a été le fait d'assurer l'ouvrabilité pour des mélanges à faible teneur en eau. Sans les super plastifiants, le critère d'ouvrabilité demanderait une quantité d'eau plus élevée afin de garder une fluidité suffisante du béton frais. L'ajout des super plastifiants permet la réduction du rapport eau / ciment tout en gardant une ouvrabilité satisfaisante. L'utilisation des super plastifiants est compatible avec celle des pouzzolanes afin de garantir des propriétés mécaniques élevées. Les bétons hautes performances, voire très hautes performances, ainsi obtenus atteignent des résistances à la compression qui dépassent 100 MPa, alors que les bétons ordinaires se limitent à des valeurs de 30-40 MPa.

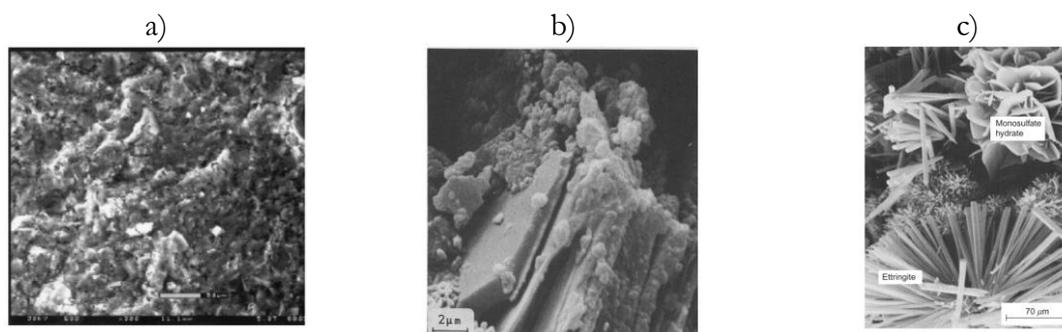


Figure 3 Les principaux types d'hydrates : matrice de C-S-H (a)(Constantinides and Ulm, 2004), cristaux hexagonaux de portlandite (b)(Yuan and Odler, 1987), ettringite et monosulphoaluminate (c) (Mehta and Monteiro, 2006)

En ce qui concerne l'hydratation du clinker, qui constitue une base pour le développement des propriétés mécaniques finales du matériau, conduit à la formation de deux familles d'hydrates. Ces deux familles sont issues d'une part de l'hydratation des silicates de Calcium ( $C_3S$  et  $C_2S$ ) et de l'autre, des aluminates de Calcium ( $C_3A$  et  $C_4AF$ ). Les produits d'hydratation obtenus suite à l'hydratation du  $C_3S$  et du  $C_2S$  sont les silicates de Calcium hydratés et la portlandite (Figure 3 a et b), tandis que les produits d'hydratation des aluminates sont l'ettringite et le monosulphoaluminate (Figure 3 c).

Les formules chimiques en notation cimentière et les fractions volumiques habituelles des produits d'hydratation du clinker sont présentées dans le Tableau 4.

Nom	Formule chimique	Fraction volumique
Silicates de Calcium hydratés	<b>C-S-H</b>	50-60%
Portlandite	<b>CH</b>	15-25%
Ettringite	<b>Aft</b>	<15%
Monosulphoaluminate	<b>Afm</b>	

Tableau 4 Dénominations et fractions volumiques des principaux produits d'hydratation du clinker

Les principaux produits d'hydratation du clinker sont les C-S-H, présents généralement en proportion de minimum 50%. Ils assurent la majeure partie des propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie suite à l'hydratation. Sous forme de lamelles enroulées, ils donnent de la consistance à la pâte grâce aux liaisons van der Waals qui se forment à leurs surfaces (Mehta and Monteiro, 2006). De point de vue chimique, ils ont une stœchiométrie variable qui se traduit par un rapport molaire C/S (équivalent au rapport Ca/Si) variant entre 1,2 et 2,3 avec une moyenne de 1,7 dans la pâte de CEM I (Allen et al., 2007) (Figure 4).

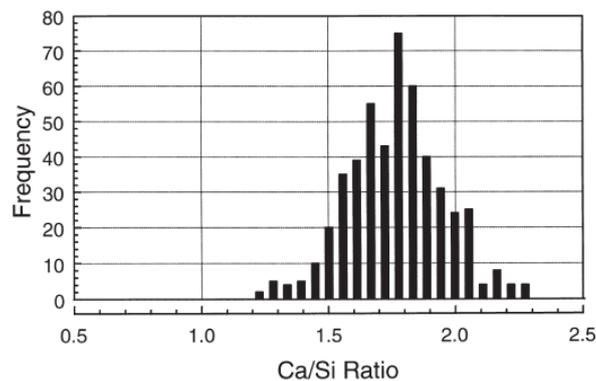


Figure 4 Distribution statistique du rapport molaire Ca/Si des C-S-H dans une pâte de ciment portland avec un rapport E/C de 0,4 (Richardson, 1999)

Le deuxième produit d'hydratation du clinker, la portlandite (CH), se présente sous forme de cristaux hexagonaux englobés dans la matrice de C-S-H. Elle se forme suite au dégagement des ions  $Ca^{2+}$  des silicates de Calcium anhydres qui réagissent avec l'eau. Cette espèce chimique se trouve dans un pourcentage de maximum 25% dans la pâte. Souvent, elle a une influence importante dans la qualité de l'adhésion pâte de ciment/granulat, en raison de sa grande concentration au voisinage du granulat. La portlandite participe moins que les C-S-H au développement des propriétés mécaniques du béton du fait de ses propriétés cohésives inférieures,

mais elle a un rôle important dans le maintien d'un pH basique (environ 13) dans la solution interstitielle, ce qui est favorable à la préservation des armatures métalliques.

Les autres produits d'hydratation du clinker, les aluminates, dont notamment l'ettringite, se trouvent en proportion inférieure à 10-15% dans la pâte de ciment durcie. Étant parmi les premiers hydrates qui se forment, l'ettringite participe à la prise et à la résistance du béton au jeune âge. Pourtant, les aluminates dans leur ensemble ont des contributions réduites au développement des propriétés mécaniques finales de la pâte.

La contribution des produits d'hydratation évoqués ci-dessus, appelés aussi hydrates, aux propriétés finales de la pâte de ciment a été étudiée par plusieurs auteurs. On peut citer Constantinides & Ulm (2004) qui, pour une pâte de ciment CEM I avec  $E/C$  de 0,5, ont mis en évidence l'existence de deux types de C-S-H avec des modules d'Young compris entre 20 et 30 GPa et des cristaux de portlandite avec modules d'Young d'environ 40 GPa. En général, bien que les modules d'Young des composantes secondaires (la portlandite, l'ettringite et le ciment non hydraté) soient supérieurs à ceux des C-S-H, leurs contributions au module d'élasticité global sont moins importantes (Haecker et al., 2005). Ayant des propriétés cohésives inférieures aux C-S-H, ils se comportent plutôt comme des inclusions rigides qui remplissent les pores. Par conséquent, ils n'affectent pas de manière fondamentale le module d'Young global du matériau. En effet, pour Constantinides & Ulm (2004), le module d'Young homogène de la pâte reste de l'ordre de 23 GPa, proche de celui de la matrice des C-S-H (24 GPa).

La façon d'assurer l'hydratation de la pâte peut avoir une influence importante sur ces propriétés mécaniques. Comme règle de base, il existe une relation décroissante pour les propriétés mécaniques du béton en fonction du rapport  $e/c$  de la pâte. Théoriquement, pour hydrater complètement le ciment Portland pur anhydre (CEM I), un rapport  $e/c$  minimum de 0,42 est suffisant (Neville and Brooks, 2010). Un rapport  $e/c$  élevé, supérieur à cette valeur, présente l'avantage d'assurer une bonne ouvrabilité à l'état frais, mais le surdosage en eau génère une plus grande porosité et donc une résistance inférieure à l'état durci. En revanche, les bétons avec des rapports  $e/c$  réduits (inférieurs à 0,42) peuvent nécessiter l'utilisation des adjuvants tels que les super plastifiants pour assurer la fluidité pour la mise en place.

Haecker (Haecker et al., 2005) a étudié l'effet du rapport  $e/c$  sur les modules d'élasticité (module d'Young et module de cisaillement) de la pâte de ciment Portland (CEM I) avec des rapports  $e/c$  situés entre 0,25 et 0,6. L'évolution des modules d'élasticité en fonction du rapport  $e/c$  est quasi-linéaire et décroissante (Figure 5).

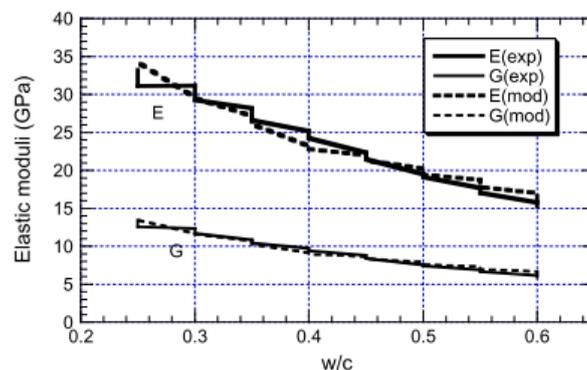


Figure 5 Effet du rapport  $e/c$  sur les modules d'élasticité de la pâte de ciment Portland (Haecker et al., 2005)

Marchand, cité par De Larrard (De Larrard, 2000), a étudié l'effet du rapport  $e/c$  sur la résistance à la compression des pâtes de ciment Portland. L'évolution de la résistance à la compression est toujours décroissante en fonction du rapport  $e/c$  (Tableau 5).

$e/c$	$f_{cp}$ [Mpa]
0,23	153,8
0,28	114,3
0,38	81,7
0,43	63,2
0,53	41,9
0,63	33,7

Tableau 5 Variation de la résistance à la compression des pâtes de ciment portland en fonction du rapport  $e/c$  (d'après De Larrard (2000))

D'après le même auteur, la résistance à la compression de la pâte, notée  $f_{cp}$  semble suivre une loi de variation de type puissance (Figure 6) en fonction de la teneur en ciment :

$$f_{cp} = 730,4 \left( \frac{V_c}{V_c + V_e} \right)^{2,85} \quad (2.1)$$

où  $V_c$  et  $V_e$  sont respectivement le volume du ciment et d'eau dans le mélange. Dans cette équation, la teneur en ciment est exprimée comme le rapport entre le volume de ciment et le volume total (ciment et eau) dans le mélange initial.

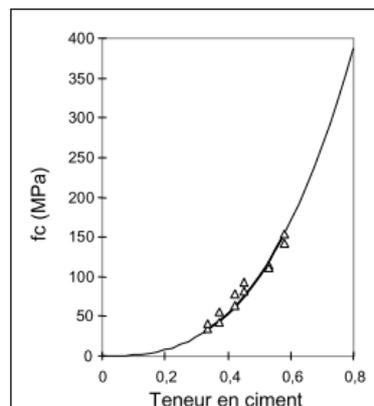


Figure 6 Évolution de la résistance à la compression de la pâte de ciment ( $f_{cp}$ ) en fonction de la teneur en ciment (De Larrard, 2000)

Toujours dans le contexte du comportement mécanique de la pâte, une problématique importante liée à l'hydratation du ciment est le retrait. Suite à l'hydratation, une partie de l'eau du mélange frais est mobilisée pour créer les produits chimiques d'hydratation dont le volume final est inférieur à celui des constituants. La différence entre ces deux volumes est de l'ordre de 10% (Le Chatelier, 1904). Suite à cette contraction, le volume de la pâte diminue au cours de l'hydratation et des pores se forment dans la microstructure, donnant ainsi naissance au retrait « endogène ». L'ampleur de ce phénomène est importante surtout pour des pâtes de ciment avec des faibles rapports  $e/c$ . Dans le cas de ces pâtes, l'eau du mélange frais est théoriquement consommée en totalité pendant l'hydratation, et ainsi, des contractions significatives sont générées au niveau des pores qui deviennent exemptes d'eau. Hormis le retrait endogène, un autre type de retrait est le retrait de dessiccation, qui apparaît suite à l'élimination, par séchage, de l'eau qui existe dans les pores et qui

est retenue par des forces capillaires. L'évaporation de cette eau induit une diminution du volume des pores et, par conséquent, une contraction du volume total. Le retrait de dessiccation introduit un gradient de contrainte entre la surface extérieure exposée au séchage et le cœur du matériau (Aitcin et al., 1998).

En règle générale, le retrait à lui seul, tant que l'élément en béton est libre de se déformer, peut être tenu sous contrôle par la cure pour prévenir l'apparition des contraintes excessives dans le matériau. En revanche, le retrait empêché qui apparaît au contact entre un matériau cimentaire et une surface indéformable, peut causer la fissuration du matériau suite à l'apparition des concentrations de contraintes. Les effets du retrait empêché peuvent être visibles à plusieurs échelles : échelle des éléments de structure ou l'échelle locale de la liaison pâte de ciment/granulat. En ce qui concerne le béton des éléments structuraux, face à l'apparition du retrait dans la pâte, la présence des granulats dans le béton est particulièrement bénéfique. Les granulats, qui ne sont pas affectés par le retrait, limitent le retrait global du béton et permettent ainsi d'atteindre la stabilité dimensionnelle nécessaire pour construire. En ce qui concerne l'échelle locale de la liaison pâte/granulat, lors du retrait de dessiccation, des décohésions peuvent se produire au niveau des interfaces pâte de ciment – granulat suite au retrait de dessiccation de la pâte (Sellier et al., 2016).

### 2.1.3. Interphase (ITZ)

La structure de la pâte de ciment n'est pas homogène. En effet, au voisinage des granulats, sur une épaisseur comprise généralement entre 10 et 100 $\mu\text{m}$ , on observe la formation d'une zone avec des propriétés physiques différentes, appelée soit interphase, mais aussi auréole de transition ou Interfacial Transition Zone (ITZ). Pour éviter toute confusion avec le terme « interface » qui sera souvent employé par la suite, la zone d'interphase sera appelée ITZ dans ce document. L'interface, quant à elle, désignera la surface géométrique de frontière entre la pâte de ciment et le granulat. Elle n'a pas d'épaisseur.

En revenant à l'ITZ, à l'origine de la formation de cette zone se trouve une faible teneur en grains de ciment anhydre dans la proximité du granulat (et donc, un rapport e/c élevée) à l'état frais. Le mécanisme général de formation de l'ITZ peut être attribué à trois phénomènes distinctes : l'effet de paroi, le ressuage et la croissance unilatérale.

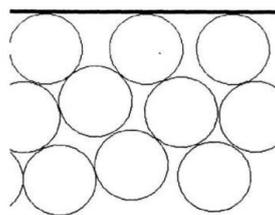


Figure 7 Illustration de l'effet de paroi sur un empilement granulaire uni dimensionnel (Scrivener, 1996)

L'effet de paroi provient du contact entre le granulat et la pâte de ciment à l'état frais. Les granulats, par leurs dimensions, qui sont d'au moins un ordre de grandeur plus élevées que les grains de ciment anhydres, constituent un obstacle dans l'arrangement libre du mélange granulaire (Scrivener et al., 2004). Afin de mieux expliciter l'origine de l'effet de paroi, on peut considérer un empilement de grains sphériques au contact avec une paroi (Figure 7). Dans ce cas, la porosité du mélange granulaire tend vers l'infini au contact avec la paroi (Scrivener, 1996). En s'éloignant de la paroi, donc en allant vers le cœur de la pâte, la porosité diminue et atteint une valeur stable. Cette représentation est une idéalisation qui ne reproduit pas exactement la réalité. Les grains ne sont pas

parfaitement sphériques et peuvent se trouver en contact avec le granulat sur des surfaces non nulles. Pourtant, cela illustre le principe du phénomène, celui que l'arrangement des grains de ciment est contraint dans la proximité du granulat et devient plus poreux.

L'effet de paroi est amplifié par le ressuage. A l'état frais, les grains de ciment étant plus lourds que l'eau, ont tendance à se tasser et à être remplacés par un film d'eau dans la partie inférieure des granulats (Figure 8), ce qui conduit à une augmentation du rapport e/c. Le ressuage est ainsi à l'origine d'une augmentation supplémentaire de la porosité générée par l'effet de paroi, à l'état hydraté.

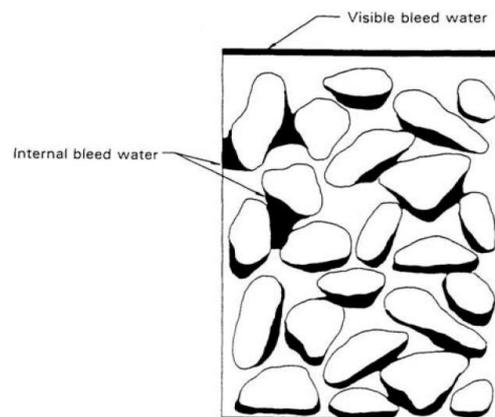


Figure 8 Illustration du ressuage dans le béton à l'état frais (Mehta and Monteiro, 2006)

Un troisième phénomène qui contribue à la formation de l'ITZ est la croissance unilatérale. Au niveau du cœur de la pâte de ciment, les hydrates sont libres de manière isotrope. En revanche, au contact avec le granulat, leur formation est stoppée dans le sens vers le granulat. Le granulat agit comme une paroi de dimensions infinies, ce qui bloque la formation des hydrates dans le sens normal entrant à la paroi (Bentz and Garboczi, 1990). L'effet de ce phénomène est une plus faible teneur en hydrates à proximité des granulats.

#### 2.1.4. Propriétés physico – chimiques de l'ITZ

L'ITZ se distingue généralement du cœur de la pâte par la porosité supérieure et par des teneurs différentes des hydrates. A l'état hydraté, une partie de la porosité de l'ITZ reste non comblée. L'autre partie est occupée par des espèces chimiques qui migrent plus facilement, notamment la portlandite et l'ettringite (Crumbie, 1994). La teneur en éléments cohésifs (C-S-H) est souvent inférieure par rapport au cœur de la pâte (Figure 9).

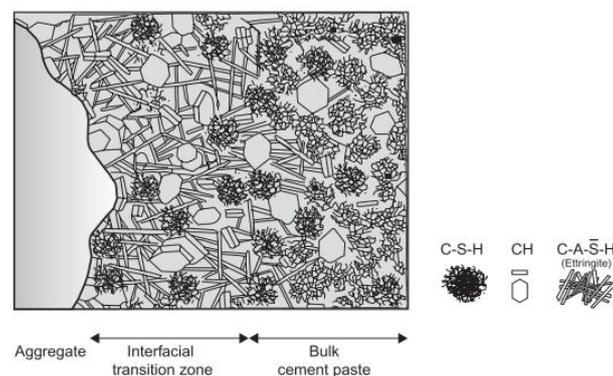


Figure 9 Microstructure de la pâte de ciment durcie (Mehta and Monteiro, 2006)

D'un point de vue chimique, l'apparition de l'ITZ se manifeste dans la pâte par l'apparition d'un gradient de rapport molaire Ca/Si en fonction de la distance par rapport au granulat. Le rapport Ca/Si (où CaO/SiO<sub>2</sub> – les deux rapports sont équivalents) est plus élevé au niveau de l'interface à cause de la teneur élevée en portlandite et ettringite (espèces chimiques qui ne contiennent pas de silicium). Ce rapport décroît progressivement vers une valeur stable au cœur de la pâte de ciment (Figure 10). La valeur moyenne du rapport Ca/Si trouvé par (Yuan and Odler, 1987) au cœur de la pâte de ciment est égale à 3,2 pour une pâte de ciment CEMI Portland pur. Ce rapport est supérieur au rapport Ca/Si moyen des C-S-H (1,7) à cause de la coexistence de l'ettringite et de la portlandite avec les C-S-H, mais dans une moindre mesure qu'au cœur de la pâte.

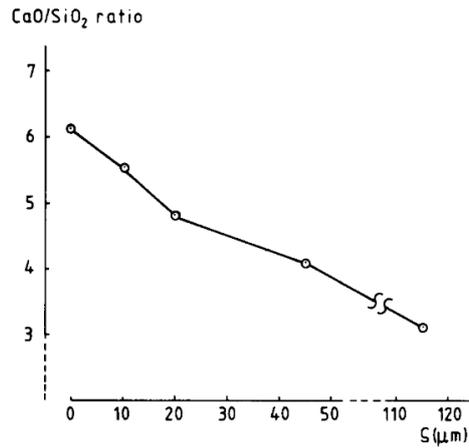


Figure 10 Évolution du rapport CaO/SiO<sub>2</sub> en fonction de la distance par rapport au granulat (Yuan and Odler, 1987)

Du point de vue mécanique, les particularités d'ordre chimique et morphologique de l'ITZ ont comme conséquence des propriétés mécaniques inférieures de l'ITZ par rapport au cœur de la pâte de ciment. Le gradient de module d'élasticité dans l'ITZ a été mis en évidence dans la littérature par des analyses de nano ou micro indentation. Plusieurs études (Liu et al., 2014; Trtik and Bartos, 1999; Xiao et al., 2013; Xu et al., 2017) ont révélé l'existence d'une zone de plusieurs dizaines de microns (entre 20 et 100 µm) qui présente des modules d'Young inférieurs à ceux au cœur de la pâte de ciment (Figure 11).

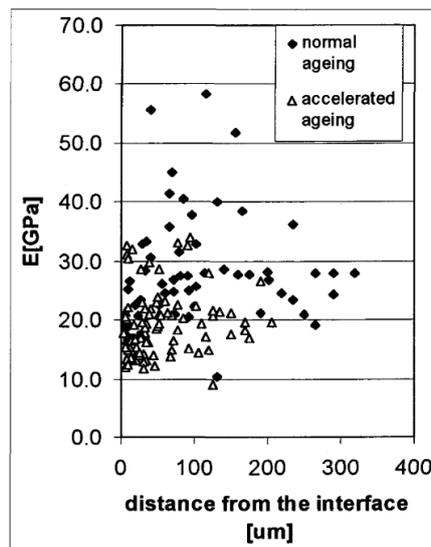


Figure 11 Gradient du module d'Young au niveau de l'ITZ (Trtik and Bartos, 1999)

Tous ces aspects cumulés ont des conséquences sur le comportement mécanique de la liaison pâte de ciment/granulat. Dans ce sens, des essais sur des composites pâte de ciment/granulat ont mis en évidence le fait que la liaison est moins résistante et moins rigide que la pâte de ciment (Figure 12), fait attribué à la présence de l'ITZ (Jebli et al., 2018a; Nguyen, 2013; Zimbelman, 1985).

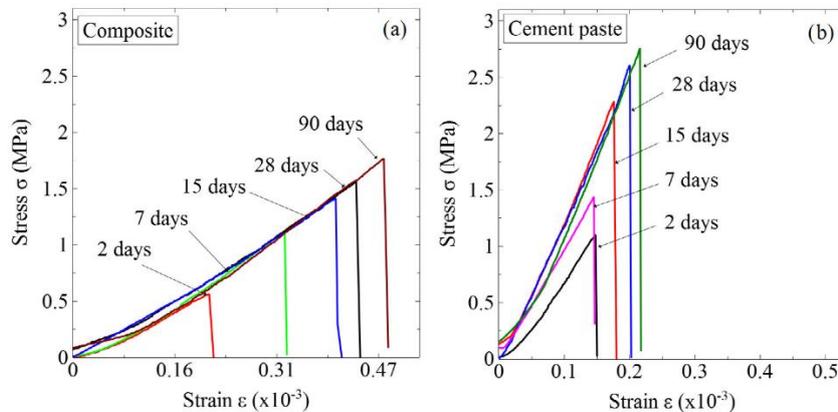


Figure 12 Courbe contrainte déformation en traction des composites pâte de ciment / granulat calcaire (a) et de la pâte de ciment (b) pour différentes durées d'hydratation (Jebli, 2016)

### 2.1.5. Facteurs d'influence sur les propriétés physiques de l'ITZ

Plusieurs facteurs influencent les propriétés de l'ITZ, et donc de la liaison pâte/granulat. Les principaux facteurs sont le rapport  $e/c$ , le type de ciment (notamment les composantes secondaires utilisées – pouzzolanes et/ou fillers), la taille et la nature minérale du granulat, la méthode de compactage, et la position relative au granulat.

Un premier paramètre qui influe sur les propriétés mécaniques de l'ITZ est, comme dans le cas de pâte de ciment, le rapport  $e/c$ . Dans ce sens, Sidorova et al. (2014) ont étudié l'influence du rapport  $e/c$  sur le module d'élasticité et l'épaisseur de l'ITZ par l'intermédiaire d'essais de nano-indentation. Ces essais ont été menés sur des ITZ formées entre des pâtes de ciment Portland pur (CEM I) avec des rapports  $e/c = 0,3 ; 0,4$  et  $0,5$ , d'une part, et des granulats calcaires, d'autre part. Les résultats ont montré que la diminution du rapport  $e/c$  a comme effet la diminution de l'épaisseur de l'ITZ et l'augmentation du module d'élasticité moyen. Ces différences peuvent être attribuées au même mécanisme qui est observé sur la pâte de ciment, où la baisse du rapport  $e/c$  a comme l'augmentation de la compacité (Elsharief et al., 2003) et de meilleures propriétés mécaniques (Nguyen, 2013)

Un autre facteur qui influe sur les propriétés de l'ITZ est le type de ciment, notamment par l'intermédiaire des composantes secondaires. C'est notamment l'utilisation des micro fillers qui peut renforcer la liaison pâte de ciment/granulat par la densification de l'ITZ (Goldman and Bentur, 1994). En plus du rôle de filler, le rajout de fumées de silice a comme conséquence la consommation de la portlandite et la production de C-S-H supplémentaires suite aux réactions pouzzolaniques. Cependant, Ollivier, Maso, & Bourdette (1995) ont conclu que l'effet de micro filler est prédominant sur l'effet pouzzolanique dans l'amélioration des propriétés mécaniques de la liaison pâte de ciment/granulat. Et cela puisque, dans le cas d'autres types de pouzzolanes, tels que les laitiers ou les cendres volantes, qui ont des granularités plus grossières, aucune amélioration significative n'a été remarquée, notamment du fait de l'impossibilité de réduire l'effet de paroi (Leemann et al., 2010).

Il a été observé aussi que la taille des granulats a un effet visible sur la microstructure de l'ITZ. Elsharief et al. (2003) ont constaté que la porosité de l'ITZ diminue avec la diminution de la taille du granulat (Figure 13).

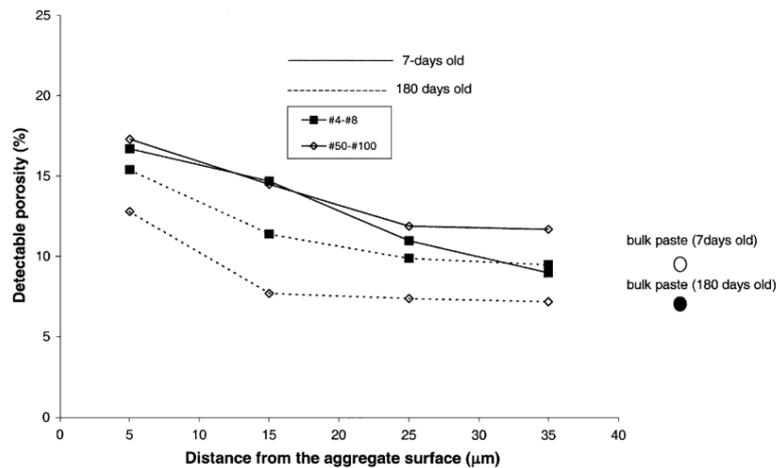


Figure 13 Porosité moyenne en fonction de la distance par rapport au granulat dans la proximité des granulats avec des diamètre entre 100 et 300 µm (#50-#100) et entre 2 et 4 mm (#4-#8) pour un mortier avec un rapport e/c de 0,4 (Elsharief et al., 2003).

Une influence bénéfique du rajout du super plastifiant sur la porosité de l'ITZ a été remarquée. Du fait de la fluidité du mélange, une quantité plus grande de grains de ciment anhydre peut être dirigée à proximité du granulat. Une diminution de la porosité et de l'épaisseur de l'ITZ a été remarquée suite au rajout de super plastifiants (Leemann et al., 2006).

La position relative de l'ITZ par rapport aux granulats influe aussi sur les propriétés de l'ITZ, du fait du couplage entre l'effet de paroi et le ressuage. Suite au ressuage, qui se produit sous l'effet de la gravité à l'état frais, des grains de ciment, qui sont plus lourds que l'eau, sont sédimentés et sont remplacés par un film d'eau dans la partie inférieure du granulat. Cela a comme conséquence à l'état hydraté, une augmentation de la porosité de l'ITZ dans la partie inférieure du granulat, par rapport à la partie supérieure (Leemann et al. 2006 et Lyu et al. 2019) (Figure 14). En ce qui concerne la porosité de l'ITZ mesurée dans la partie latérale du granulat, elle présente une valeur intermédiaire entre celle mesurée dans la partie supérieure et celle mesurée dans la partie inférieure.

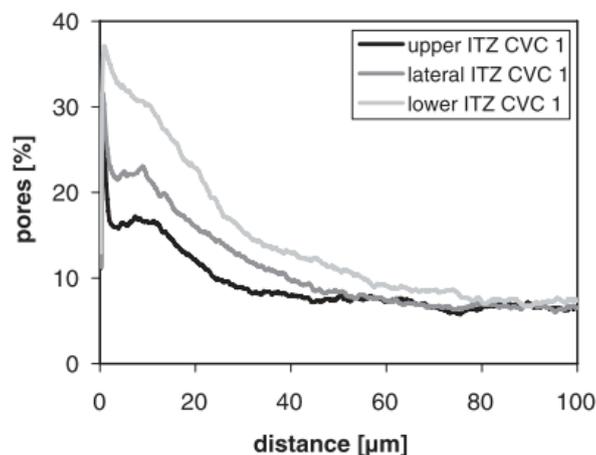


Figure 14 Porosité en fonction de la distance par rapport au granulat pour différentes positions relatives au granulat : en haut, latérale et en bas (Leemann et al., 2006)

Une ITZ avec des granulats calcaires présente des particularités du fait de réaction chimique entre le calcaire et la pâte de ciment. Une telle réaction génère la formation de carboaluminates de Calcium (Grandet and Ollivier, 1980). L'effet de cette réaction est une diminution de la porosité et un renforcement mécanique de la liaison pâte/granulat (Zimbelman, 1985) (Figure 15).

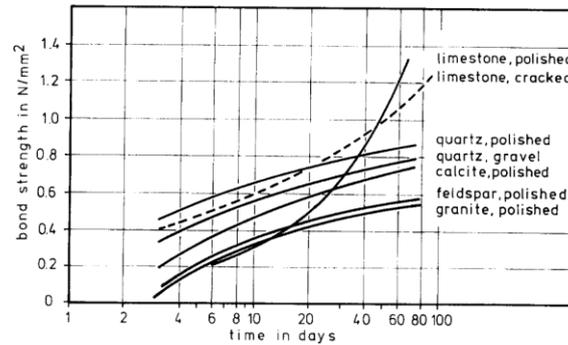


Figure 15 Développement de la résistance à la traction des composites pâte de ciment / roche pour différents types de roches (Zimbelman, 1985)

Tenant compte de tous ces facteurs d'influence, dont on vient de faire un succinct passage en revue, il est généralement admis que l'ITZ a une épaisseur entre 30 et 100  $\mu\text{m}$ . Néanmoins, l'effet de l'ITZ (qui se manifeste par une porosité supérieure et une composition chimique différente) est plus important dans les 15-20 premiers microns et diminue au-delà de cette épaisseur (Leemann et al., 2010; Scrivener et al., 2004). Ce fait est dû essentiellement à la taille moyenne des grains de ciment. L'effet de paroi est plus important sur une épaisseur égale à la taille moyenne des grains de ciment anhydre (15-20 $\mu\text{m}$ ) et s'atténue ensuite vers le cœur de la pâte (Ollivier et al., 1995).

## 2.2. Comportement mécanique du béton

### 2.2.1. Essais de compression et de traction

Le comportement mécanique du béton à l'échelle du Volume Élémentaire Représentatif (VER) sous chargement axiale se caractérise par une forte différence entre la résistance à la compression et la résistance à la traction. De manière générale, en compression (Figure 16) et en traction (Figure 17), on distingue une phase linéaire élastique suivie par une phase de fissuration jusqu'au pic de chargement qui précède la zone de pente décroissante.

En compression, plusieurs étapes se succèdent dans le comportement des éprouvettes en béton (Mehta and Monteiro, 2006) (Figure 16):

- La première – la partie élastique où les zones d'interface restent stables même si des fissures sont présentes, notamment à cause du ressuage ;
- La deuxième – des microfissures commencent à se développer au niveau des interfaces et le comportement global du matériau quitte le domaine élastique. La fissuration est stable dans le sens que chaque microfissure se développe de manière individuelle ;
- La troisième – les microfissures dans les interfaces deviennent instables et interconnectés. Des fissures commencent à apparaître dans la pâte ;
- La quatrième – la propagation rapide des fissures a comme conséquence leur percolation. Ainsi, des macros fissures parallèles à l'axe de chargement se forment et conduisent à la ruine de l'élément.

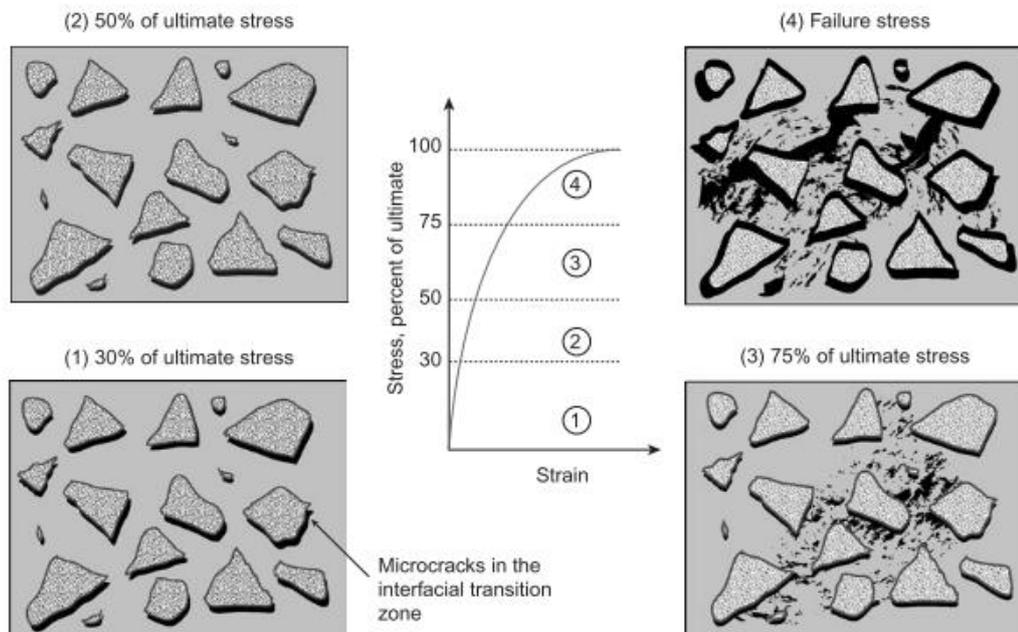


Figure 16 Illustration des étapes de fissuration d'une éprouvette en béton sollicitée en compression (Mehta and Monteiro, 2006)

En ce qui concerne les éprouvettes en béton sollicitées en traction, après la phase linéaire élastique, des microfissures commencent à se former. A ce stade, la surface concernée par la charge en section transversale est diminuée et la propagation de la fissuration devient instable (Mazars, 1984) (Figure 16). La zone de fissuration stable observée en compression est plutôt insignifiante en traction, puisque la charge agit dans le sens de l'ouverture des fissures, facilitant ainsi leur propagation. La ruine arrive suite à l'apparition d'une macro fissure perpendiculaire à la direction de chargement.

La limite d'élasticité et la résistance en traction sont nettement inférieures celles obtenues en compression, car l'ouverture et la propagation des fissures sont favorisées. Malgré un comportement moins favorable du béton tendu par rapport à celui comprimé, l'étude du comportement du béton en traction reste nécessaire, notamment en vue de l'analyse de la fissuration.

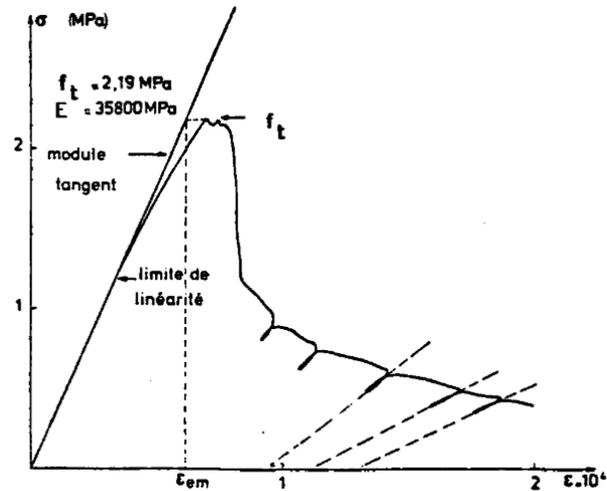


Figure 17 Exemple de courbe contrainte déformation en traction (Mazars, 1984 d'après Terrien)

## 2.2.2. Influence de l'ITZ sur le comportement mécanique du béton sain

Classiquement, l'effet de l'ITZ sur le comportement mécanique du béton à l'échelle du VER est visible en comparant sa courbe contrainte/déformation avec celles de ses composantes : la pâte et les granulats. Les granulats sont plus rigides et plus résistants que la pâte de ciment. Dans l'hypothèse d'une liaison parfaite pâte/granulat, les granulats contribueraient à de meilleures résistance et rigidité du béton par rapport à la pâte de ciment. En réalité, cette supposition n'est pas valide, surtout pour la résistance. Même si le béton est plus rigide que la pâte de ciment, sa résistance inférieure (Figure 18) s'explique par l'imperfection des liaisons pâte/granulat due à la présence des ITZ.

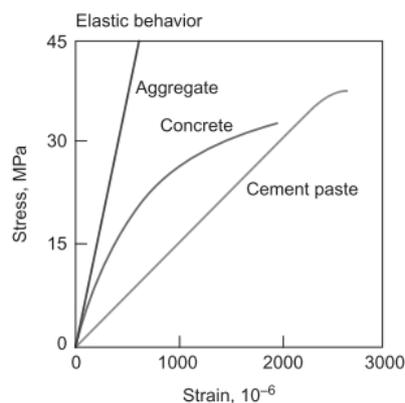


Figure 18 Illustration de courbes contrainte-déformation du béton, de la pâte de ciment et du granulat en compression (Mehta and Monteiro, 2006)

En accord avec les mécanismes présentés dans les paragraphes 2.1.2 et 2.1.5, parmi les principaux facteurs qui influent sur la résistance mécanique du béton on peut noter le rapport e/c (De Larrard, 2000), le type de ciment (Ionescu et al., 2019), et le type de granulats (De Larrard and Belloc, 1999).

L'effet de l'ITZ sur la résistance à la compression du béton a été illustré d'une manière plus explicite par De Larrard & Belloc (1999) qui l'ont étudié sur plusieurs types de granulats. Pour un granulat donné, les auteurs ont fait varier la formulation de la pâte de ciment qui entrerait dans la composition du béton afin d'obtenir différentes résistances à la compression. Ensuite, pour chaque formulation, ils ont comparé les résistances de la pâte et celle du béton, appelé composite. Cela a permis la représentation sur un même graphique la relation entre la résistance à la compression du béton et celle de la pâte qui rentrait dans sa composition pour les types de granulats étudiés (Figure 19).

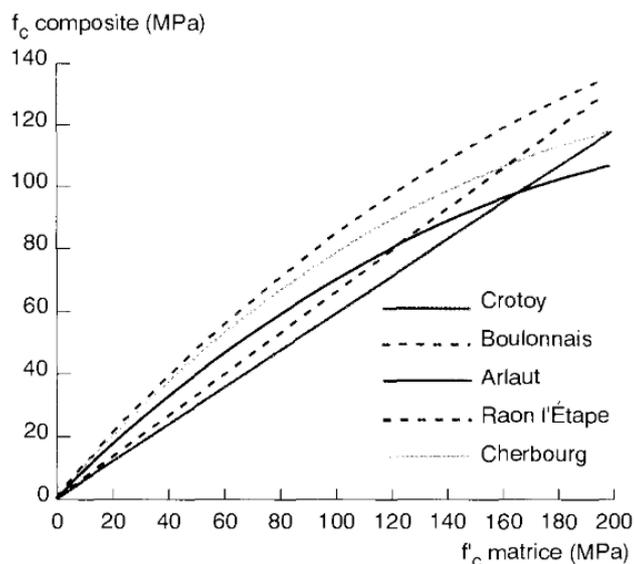


Figure 19 Effet du type de granulat sur la résistance à la compression du mortier (De Larrard and Belloc, 1999)

Les résistances à la compression des bétons (appelés composites par les auteurs) ont été toujours inférieures à celles de la pâte. La plus grande résistance à la compression du mortier a été obtenue lors de l'utilisation d'un granulat calcaire de Boulonnais, et cela, malgré le fait que la majorité des granulats utilisés étaient siliceux et plus résistants que le calcaire. En effet, ce résultat s'explique par la bonne adhésion qui se développe entre la calcaire et la pâte de ciment, confirmant ainsi, indirectement, les observations faites par (Zimbelman, 1985) à l'échelle locale.

## 2.3. Influence de l'ITZ sur le comportement mécanique du béton lixivié

### 2.3.1. Mécanisme de dégradation chimique

La lixiviation du béton est une pathologie d'origine chimique qui se manifeste dans des conditions naturelles suite au contact avec l'eau. La lixiviation a comme principale conséquence la dissolution d'une partie de la matrice cimentaire et l'augmentation de sa porosité. Le béton étant un milieu essentiellement basique (pH de l'ordre de 13 de la solution interstitielle), l'eau représente un agent agressif à cause de son pH de l'ordre de 7, relativement acide. Dans ces conditions, le mécanisme de dégradation chimique du béton est illustré par De Larrard (2010) dans la Figure 20.

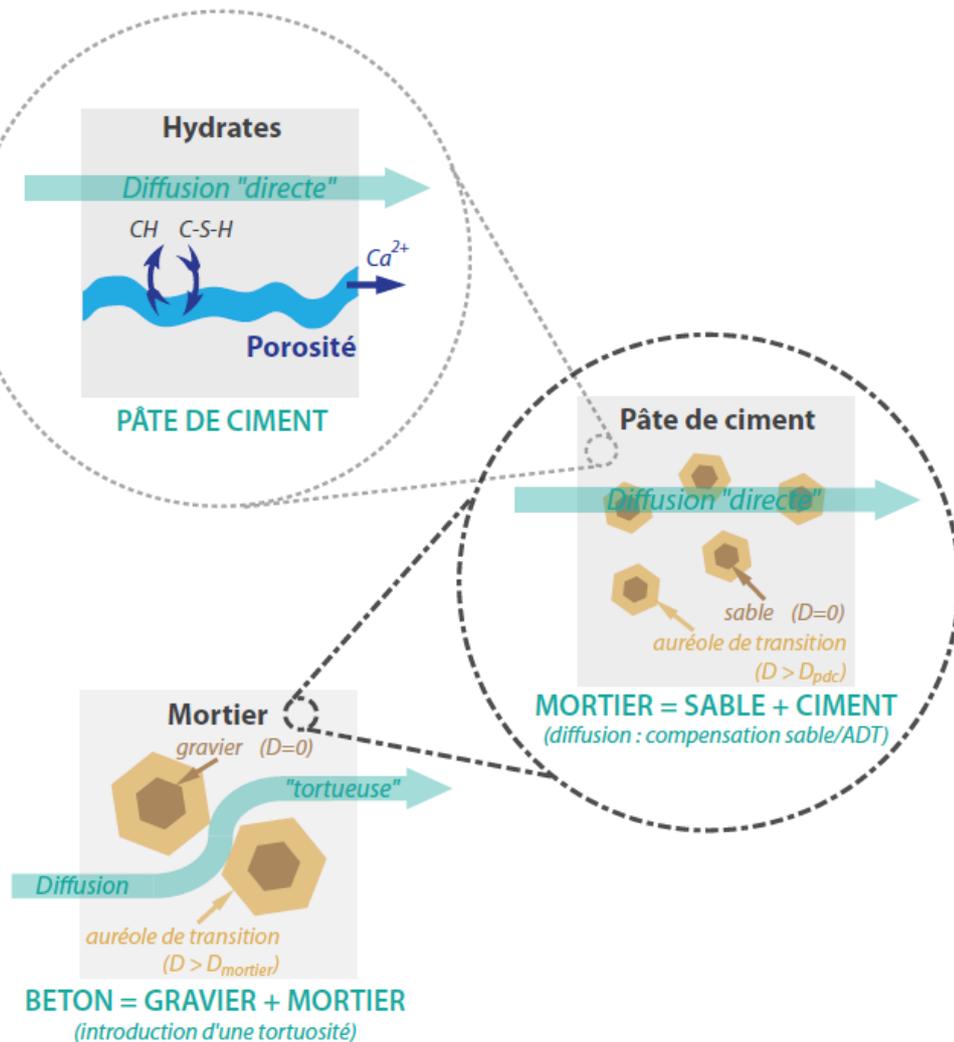


Figure 20 Illustration du mécanisme de dégradation chimique par lixiviation des matériaux cimentaires (De Larrard, 2010)

Dans une première étape, l'eau diffuse dans la solution interstitielle du béton et consomme les ions basiques ( $Ca^{2+}$ ,  $Na^+$ ,  $OH^+$ ). Après la consommation de ces ions, afin d'assurer l'équilibre chimique entre la solution interstitielle et la phase solide, le calcium dans la phase solide est dissout. Ces deux phénomènes (diffusion et dissolution) se poursuivent continuellement au niveau de la matrice cimentaire. La présence des granulats, quant à eux, affecte aussi le mécanisme de dégradation chimique en influençant sa cinétique. D'une part, la présence des ITZ (appelées auréoles de transition dans la figure) tend à accélérer l'avancement de la dégradation du fait de leur porosité, et

donc de leur diffusivité supérieure. D'autre part, la tortuosité induite par la présence des granulats ralentit la cinétique de dégradation en rallongeant le trajet de transport par diffusion.

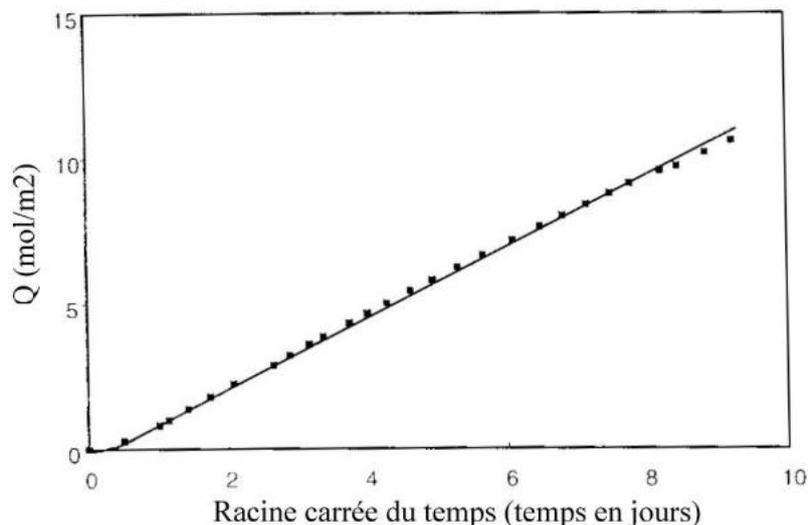


Figure 21 Quantité de Calcium lixivié en fonction de la racine carrée du temps (Tognazzi, 1998)

En ce qui concerne la cinétique de dégradation, elle est pilotée par les deux phénomènes qui se produisent pendant la dégradation : la diffusion et la dissolution. Il a été démontré que les réactions chimiques de dissolution sont beaucoup plus rapides que la diffusion (Adenot, 1992). Ainsi, l'hypothèse de l'équilibre chimique local peut être utilisée et l'effet de la dissolution sur la cinétique globale de dégradation peut être négligé. En fait, la cinétique de dégradation est gouvernée essentiellement par la diffusion. En vertu de son caractère diffusif, la cinétique de dégradation, exprimée par la variation de la quantité de Calcium lixivié (Figure 21) ou de l'épaisseur dégradée, est proportionnelle à la racine carrée du temps, (Faucon et al., 1998; Tognazzi, 1998).

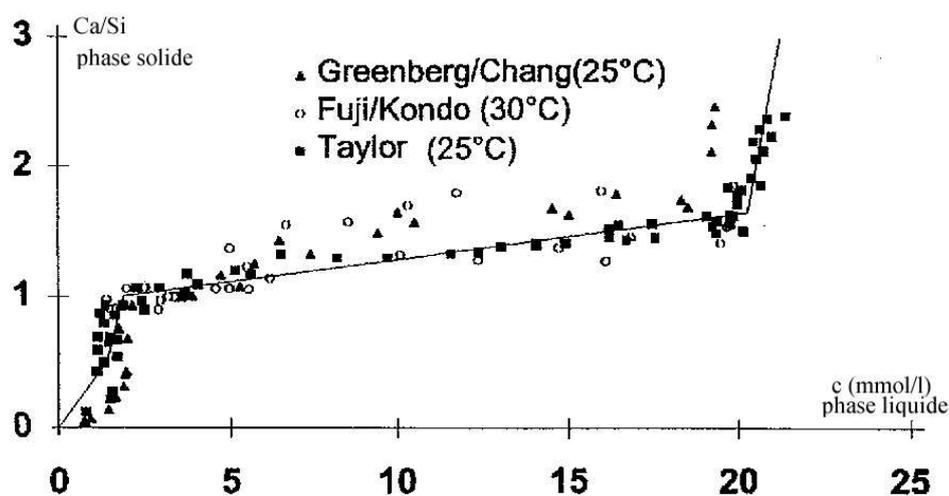


Figure 22 Diagramme d'équilibre chimique entre la concentration en Calcium dans la solution interstitielle et le rapport molaire Ca/Si dans la phase solide (Mainguy et al., 2000).

En ce qui concerne la dissolution chimique, elle se produit pour maintenir l'équilibre chimique entre la phase solide et la phase liquide. Cet équilibre est illustré par le diagramme du rapport molaire Ca/Si des C-S-H de la phase solide en fonction de la concentration en ions Calcium dans

la phase liquide (Adenot and Buil, 1992; Mainguy et al., 2000; R. Berner, 1988) (Figure 22). La dissolution de la matrice cimentaire se produit en deux étapes : la dissolution de la portlandite et la décalcification des C-S-H. Pour des concentrations en Ca dans la phase liquide comprises entre 20 et 22 mmol/l, la chute brusque du rapport Ca/Si est une conséquence de la dissolution totale de la portlandite. Cette étape est suivie par une décroissance lente du rapport Ca/Si qui correspond à la décalcification des C-S-H.

### 2.3.2. Effets de la lixiviation sur le béton

Les effets de la dégradation chimique par lixiviation ont été étudiés dans la littérature à l'échelle de la microstructure de la pâte de ciment, à l'échelle locale de la liaison pâte de ciment / granulat et à l'échelle macroscopique du béton et de la pâte de ciment. Toutes les observations mettent en évidence une chute des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. Cette chute affecte de manière différente la pâte de ciment et l'ITZ, ayant des effets sur les propriétés globales du béton (ou mortier).

D'une manière générale, au niveau de la microstructure, la dissolution de la portlandite a comme effet une augmentation importante de la microporosité. Cet aspect peut être d'autant plus nocif que le réseau de portlandite est percolé (Bentz and Garboczi, 1991) et peut provoquer un endommagement mécanique important. En revanche, la décalcification des C-S-H produit une augmentation de la nano porosité, donnant naissance ainsi à des pores de taille inférieure à celle des pores générés par la dissolution de la portlandite.

A l'échelle de la microstructure, Constantinides et al. (2003) ont mis en évidence la diminution du module d'Young des C-S-H et d'une pâte de ciment durcie à base de ciment Portland (ou CEM I) avec un rapport  $e/c=0.5$ . Cette étude a mis en évidence la présence de deux types de C-S-H : des C-S-H de faible densité dans une proportion de 67 % et avec un module d'élasticité moyen de 23 GPa et des C-S-H de haute densité dans une proportion de 33% avec un module d'élasticité moyen de 30 GPa. Suite à la lixiviation, les deux types de C-S-H gardent les mêmes proportions mais subissent des chutes de propriétés mécaniques différentes, les C-S-H de haute densité étant moins affectés (Figure 23). A l'échelle macroscopique, suite à la lixiviation, la baisse de la valeur du module d'Young de la pâte est d'environ 80%.

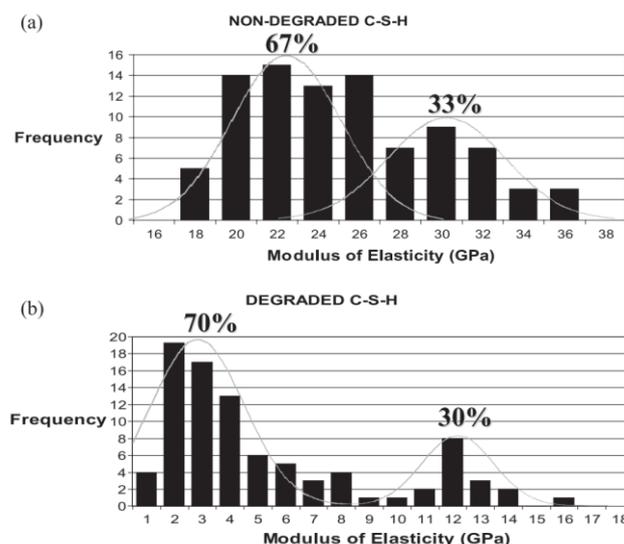


Figure 23 Distribution statistique des C-S-H de haute et faible densités dans le réseau des C-S-H d'une pâte saine (a) et dégradée (b) (Constantinides et al., 2003)

Plus récemment, Jebli (Jebli et al., 2018b) a étudié de manière comparative l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et du composite pâte de ciment - granulats à l'échelle locale de la liaison pâte de ciment/granulat. Les résultats des essais de traction et de cisaillement montrent une chute plus importante de la rigidité et de la résistance des composites. Cet effet est attribué à une dégradation chimique plus importante de l'ITZ (Figure 24). Aussi, il a été observé que pour des taux de dégradation chimique  $\delta$  (défini comme le rapport entre l'aire de la section transversale saine et la section totale) égaux de la pâte et des composites, la chute des propriétés mécaniques des composites est plus importante que celle de la pâte.

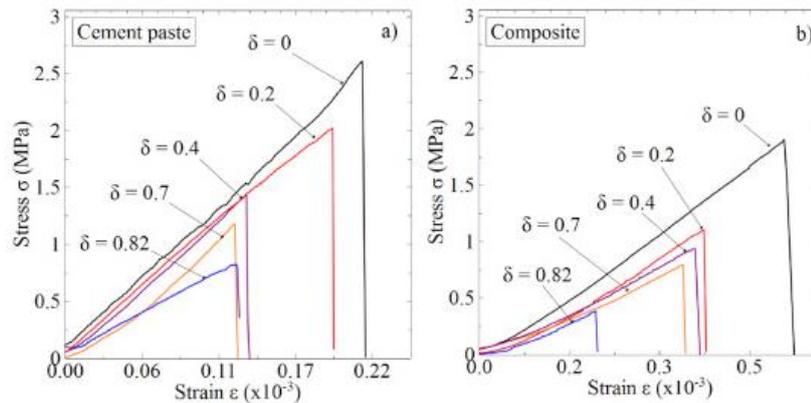


Figure 24 Courbes caractéristiques en traction des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment / granulats calcaires lixiviés (Jebli et al., 2018b)

Naturellement, une des problématiques qui a été abordée dans l'étude de la lixiviation du béton est l'effet de l'ITZ sur la cinétique de dégradation. Du fait de sa plus grande porosité, associée à un degré élevé de percolation des pores qui est quasi inévitable, elle peut jouer un rôle fondamental dans l'augmentation des propriétés de transport du béton (Garboczi et al., 1995; Scrivener and Nematy, 1996; Winslow et al., 1994).

Nguyen (Nguyen et al., 2007) a étudié de manière comparative la vitesse de dégradation des échantillons en pâte, mortier et béton. Les échantillons en pâte, mortier et béton ont été fabriqués avec le même dosage des constituants (eau, ciment, sable, gravier, selon le cas), à base de ciment CEM I avec un rapport e/c de 0,6. Dans la pratique, il s'agit d'utiliser les mêmes rapports massiques eau/ciment (pour la pâte, le mortier et le béton), ciment/sable (pour le mortier et le béton). Les cinétiques de dégradation de la pâte de ciment et du mortier ont été quasiment identiques. Ceci s'explique par le fait que la tortuosité induite par la présence des granulats arrive à compenser l'accélération de la cinétique de dégradation suite à la présence des ITZ. En revanche, dans le cas du béton, la cinétique de dégradation est sensiblement plus lente que dans le cas du mortier et de la pâte. Ce résultat confirme ceux d'autres études dans la littérature qui indiquent que dans le cas du béton, l'effet ralentisseur de la tortuosité est plus important que l'effet accélérateur des ITZ (Bourdette, 1994; Delagrave et al., 1997; Marchand and Delagrave, 1999).

Les effets de la lixiviation sur la porosité et la fissuration des ITZ ont été mis en évidence suite à des observations sur des composites pâte de ciment / billes de verre et sur du mortier (Burlion et al., 2006; N Burlion et al., 2007; Nicolas Burlion et al., 2007). La technique utilisée est celle de la micro tomographie à rayons X. Cette technique permet de distinguer les différents constituants du béton en fonction du degré d'absorption des rayons X. Suite à cette analyse, les zones de porosité créées par la lixiviation de la matrice cimentaire et les fissures prennent la couleur noire sur l'image (Figure 25). Ainsi, une plus forte croissance de la porosité a été remarquée au niveau des ITZ par

rapport au cœur de la pâte de ciment. De plus, suite à la lixiviation, des fissures peuvent être observées au niveau de la zone de contact avec les granulats. D'après Rougelot et al. (2010), l'apparition de ces fissures peut être expliquée par la précontrainte induite à l'interface pâte/granulat suite aux retraits de décalcification et endogène de la pâte. Une fois la résistance à la traction dépassée, les fissures s'ouvrent même en l'absence d'un chargement mécanique extérieur.

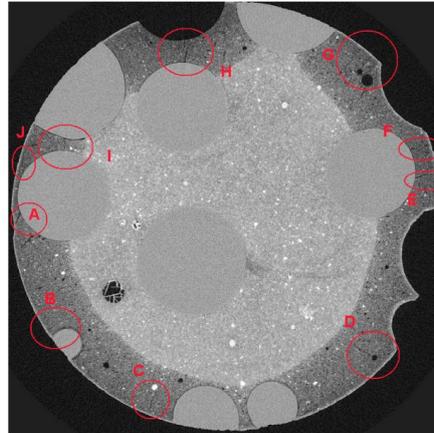


Figure 25 Section transversale d'un échantillon composite pâte de ciment – billes de verre dégradé par lixiviation. Les zones de fissuration sont marquées (Nicolas Burlion et al., 2007)

Dans un autre étude, l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques du mortier et de la pâte de ciment a été étudié de manière comparative par Carde and François, (1997a) afin d'évaluer l'effet des ITZ sur les propriétés mécaniques du mortier dégradé. Pour une même épaisseur dégradée sur des cylindres en pâte et en mortier, ils ont étudié la chute de résistance à la compression. Cette chute s'est avérée plus importante pour le mortier que pour la pâte à cause de la forte dégradation chimique des ITZ dans le mortier (Figure 26).

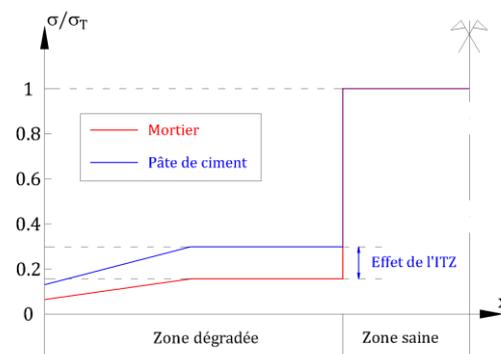


Figure 26 Profils des résistances en compression obtenus suite à la modélisation des résultats des essais de compression sur des échantillons en mortier et en pâte de ciment dégradés (d'après Carde and François, 1997a)

Par conséquent, tenant compte de tous ces aspects cumulés, même si l'influence des ITZ sur l'accélération de la cinétique de dégradation semble réduite, la dégradation des propriétés mécaniques et la fissuration peuvent nuire fortement à la durabilité du béton. Une fois formées, les fissures peuvent constituer un facteur qui favorise à la fois l'accélération locale de la cinétique de dégradation, et la chute des propriétés mécaniques. Dans ce sens, certains modèles prédictifs de la

durée de vie des bétons prennent en compte la fissuration par l'intermédiaire d'un couplage entre l'endommagement chimique et celui mécanique (Gerard et al., 1998, 1996; Le Bellégo et al., 2003).

Afin de rendre compte de l'ampleur de l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques, l'évolution de ces propriétés mécanique a été exprimée en fonction du taux de dégradation. Ce genre d'évolution a été étudiée dans la littérature à l'échelle du VER, une similitude a été constatée entre celles de la rigidité et de la résistance (Figure 27) (Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005).

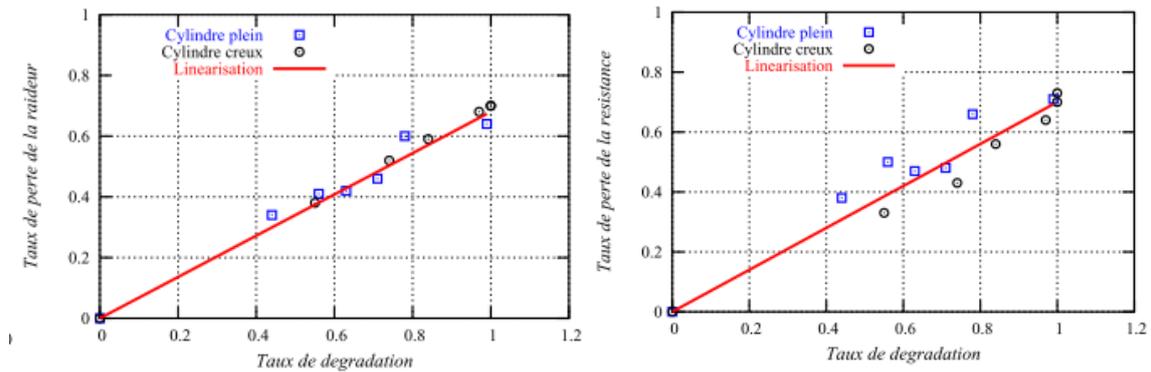


Figure 27 Évolution du taux de perte de raideur et de rigidité en fonction du taux de dégradation chimique (Nguyen, 2005)

A part la chute de résistance et de rigidité, une autre modification qui se manifeste sur le béton suite à la lixiviation est l'augmentation de la déformabilité (Figure 28).

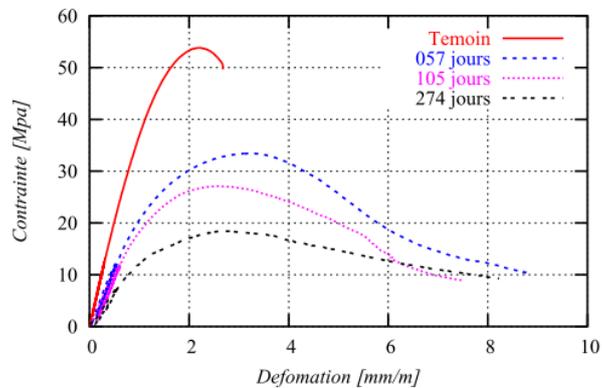


Figure 28 Courbes contrainte-déformation en compression d'échantillons sain et dégradés (Nguyen et al., 2007)

## 2.4. Conclusion

Cette revue bibliographique a mis en évidence les caractéristiques physico-chimiques de l'ITZ qui ont des conséquences sur le comportement mécanique du béton lixivié. Il a été montré que la composition chimique de l'ITZ diffère de celle du cœur de la pâte de ciment. A l'état frais, la présence des grains de ciment anhydre est raréfiée au contact du granulat à cause de l'effet de paroi et du ressuage. Par conséquent, à l'état final hydraté, l'ITZ se différencie du cœur de la pâte de ciment par une plus forte porosité et une plus grande teneur en espèces chimiques qui ont des faibles propriétés cohésives (portlandite et ettringite). Sous sollicitations mécaniques, l'interface pâte de ciment/granulat représente souvent une zone d'amorce de la fissuration. Cependant, dans le cas des bétons de hautes performances, plusieurs mesures peuvent être prises pour améliorer le comportement mécanique des liaisons pâte de ciment/granulat. Parmi ces mesures, on peut citer la baisse du rapport e/c, ainsi que l'emploi des micro fillers (notamment la fumée de silice), des super plastifiants et des granulats calcaires.

A l'état dégradé par lixiviation, la dissolution du Calcium, produit une augmentation de la porosité et une chute des propriétés mécaniques. D'un point de vue chimique, la lixiviation se manifeste par la dissolution totale de la portlandite et la décalcification progressive des C-S-H. L'ITZ peut affecter la durabilité du béton par deux mécanismes :

- l'accélération locale de la dégradation chimique du fait de sa porosité supérieure et donc de sa diffusivité supérieure ;
- la perte plus importante des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat par rapport au cœur de la pâte de ciment. Ce fait est dû à la concentration supérieure en espèces chimiques entièrement solubles (portlandite) de l'ITZ à l'état sain qui a comme effet une dissolution plus importante par rapport au cœur de la pâte de ciment suite à la lixiviation.

Les résultats présentés pour mettre en évidence ces aspects proviennent essentiellement des études effectuées à l'échelle macroscopique et montrent l'effet de l'ITZ sur la perte des propriétés mécaniques du béton. En termes de cinétique de dégradation, l'effet de l'ITZ est peu important parce que le ralentissement dû à la tortuosité induite par les granulats prévaut sur l'accélération induite par la diffusivité supérieure de l'ITZ. En revanche, l'ITZ subit une plus forte dissolution chimique et l'interface représente une zone préférentielle pour l'apparition de la fissuration. Pour une même épaisseur dégradée (ou taux de dégradation chimique), la perte de résistance à la compression du mortier est plus importante que la perte de résistance à la compression de la pâte, à cause des transformations qui se produisent au niveau de l'ITZ.

On note donc que la plupart des études semblent converger sur l'influence de l'ITZ sur la durabilité du béton. Cependant, les observations sur la cinétique de dégradation de l'ITZ et sur le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat sont indirectement déduites. Elles sont issues surtout des analyses sur des éléments en béton à l'échelle macroscopique.

La présente étude se propose donc d'évaluer expérimentalement, à partir de mesures directes à l'échelle locale, le mécanisme par lequel la lixiviation génère la chute des propriétés mécaniques du béton. Une attention particulière sera donc accordée à l'ITZ et à la liaison pâte/granulat. Afin d'y parvenir, un protocole expérimental spécifique a été développé à partir d'un autre déjà existant (Jebli, 2016).

### **3. Matériaux et protocoles**

### 3.1. Introduction

Comme il a été évoqué dans le chapitre 2, la nécessité d'une étude à l'échelle de la liaison pâte/granulat est dictée par un besoin d'analyser la phénoménologie complexe qui se développe au niveau des ITZ et qui influence le comportement mécanique du béton. Ainsi, afin de rendre possible une telle étude, un protocole expérimental a été développé pour évaluer l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et sur celles de la pâte. Dans la réalisation de ce protocole, plusieurs méthodes expérimentales sont utilisées et adaptées au contexte de recherche. Ces différentes méthodes expérimentales sont connexes, ce qui rend possible aussi la vérification, avec des comparaisons des résultats obtenus séparément par différentes méthodes.

Afin de pouvoir évaluer l'effet de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale, il est nécessaire d'évaluer la cinétique de dégradation et l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte. Dans ce sens, des échantillons avec des géométries spécifiques sont utilisés. Leurs configurations géométriques permettent la mesure de l'avancement de la dégradation chimique dans le temps, ainsi que la détermination des contraintes moyennes sur leur section transversale. Les géométries de ces échantillons n'étant pas normalisées, la préparation des échantillons, notamment à la fabrication, et la méthode de dégradation seront discutées.

Sur ces échantillons sains et dégradés, les analyses réalisées peuvent être classées en deux catégories : analyses à l'échelle de la microstructure et essais mécaniques à l'échelle locale.

Les analyses à l'échelle de la microstructure sont essentiellement orientées vers la caractérisation de la dégradation chimique, afin de rendre possible l'interprétation de son effet sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale. Les principaux aspects traités à travers ces analyses sont la cinétique de dégradation, ainsi que la dissolution chimique et son effet sur des propriétés mécaniques à l'échelle de la microstructure.

Les essais mécaniques à l'échelle locale quant à eux, sont destinés à déterminer des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte. Dans ce contexte, l'acquisition des déplacements et des déformations, qui sont difficilement mesurables à cause de leurs ordres de grandeur faibles, est un aspect primordial. Les essais mécaniques sont donc réalisés dans plusieurs configurations, afin de pouvoir vérifier et comparer les résultats obtenus.

Dans la présentation de ce protocole, l'ensemble des méthodes expérimentales utilisées est discuté, en tenant compte du fait que le caractère particulier de l'étude demande certaines adaptations spécifiques. Ces méthodes sont également utiles dans le contexte plus large d'un programme de recherche qui traite des effets de différentes pathologies sur le comportement mécanique du béton.

### 3.2. Choix des types de ciment et de granulats

Dans l'industrie, le choix de la formulation des bétons comprend le dosage des constituants afin de répondre en premier lieu à des exigences de résistance mécanique et de durabilité. La formulation influe directement sur la qualité de la liaison pâte de ciment/granat. Il a été montré dans le chapitre 2 que des paramètres comme le rapport eau/ciment, le type ciment, les adjuvants, et le type de granulats influent sur la composition ITZ, qui à son tour influe sur les propriétés physico-chimiques de la liaison pâte/granat.

En ce qui concerne le cas particulier des bétons soumis à la lixiviation, ils doivent garantir une résistance mécanique suffisante dans des conditions environnementales agressives grâce à des formulations adaptées. Le rapport e/c influe directement sur la porosité du béton à l'état hydraté. La baisse du rapport e/c a comme conséquence la diminution de la porosité, ce qui engendre une augmentation de la résistance et de la rigidité du béton, mais elle influe également sur la cinétique de dégradation. Dans un milieu moins poreux, le coefficient de diffusion est moins important et, par conséquent, la cinétique de dégradation est ralentie. Par ailleurs, le rajout de pouzzolanes permet la consommation de la portlandite pour produire des C-S-H. Ainsi, ce rajout contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques par l'augmentation de la quantité d'espèces chimiques cohésives (C-S-H) et diminue la vulnérabilité à l'attaque chimique suite à la dissolution de la portlandite. Les rajouts des pouzzolanes sont compatibles avec la baisse de rapport e/c pour donner naissance à des bétons de très hautes performances qui ont des résistances à la compression bien supérieures à 100 MPa. A part le rapport e/c et le rajout des pouzzolanes, un autre paramètre important dans le choix de la formulation d'un tel béton est le type de granulats. Le choix des granulats calcaires est préférable aux granulats siliceux car les réactions chimiques qui se produisent entre le calcaire et la pâte de ciment au cours de l'hydratation améliorent leur adhésion et par conséquent, à une échelle supérieure, la résistance du béton.

Dans le cas de la présente étude, le choix des matériaux vise à se rapprocher des formulations des bétons réels soumis à la lixiviation et de donner une perspective pour les études prochaines. Il s'agit donc de choisir un matériau avec des propriétés mécaniques assez élevées, mais avec une composition simple. Une telle composition présente l'avantage de faire référence à la littérature et elle peut servir comme référence pour des prochaines études. C'est pour cela que, d'une part, l'on a choisi d'éviter un surdosage en eau afin d'acquiescer des propriétés mécaniques importantes et, d'autre part, on a évité l'utilisation d'adjuvants ou de composants secondaires comme les pouzzolanes. Par conséquent, le choix des matériaux utilisés s'est porté sur une pâte de ciment CEM I 52.5R, dont la fiche technique est présentée en Annexe A, préparée avec un rapport e/c de 0,4 et des granulats calcaires.

### 3.3. Fabrication des échantillons à l'échelle locale

Dans ce paragraphe, nous présentons la méthodologie expérimentale mise en œuvre pour fabriquer, conditionner et conserver les éprouvettes à l'échelle locale. Les échantillons fabriqués pour les analyses de la microstructure ainsi que pour les essais mécaniques de traction et de cisaillement sont des parallélépipèdes en pâte de ciment et des composites pâte de ciment/granulats (Figure 29). Les dimensions des échantillons sont  $10 \times 10 \times 30 \text{ mm}^3$ . L'échantillon composite est composé d'une moitié granulat ( $10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$ ) et d'une moitié pâte de ciment ( $10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$ ) (Figure 29 b).

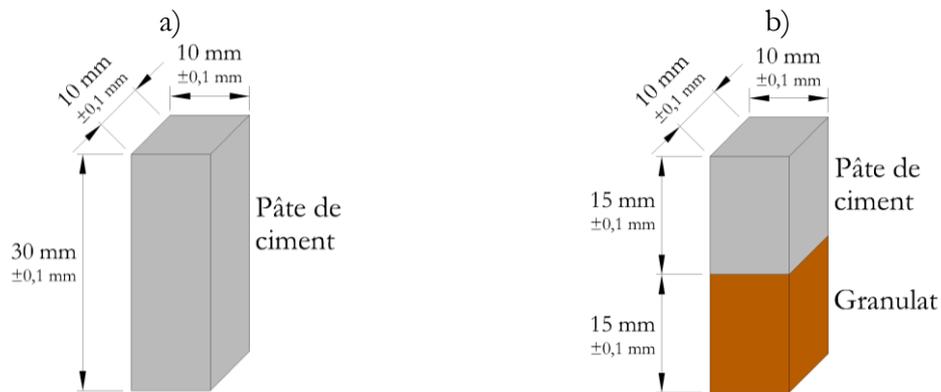


Figure 29 Échantillons en pâte de ciment a) et composite pâte de ciment/granulat b) utilisés pour l'étude des propriétés chimiques et mécaniques du béton à l'échelle locale

Outre cette première configuration, une autre configuration a été réalisée pour des essais de cisaillement, des échantillons en Y inversé (Figure 30).

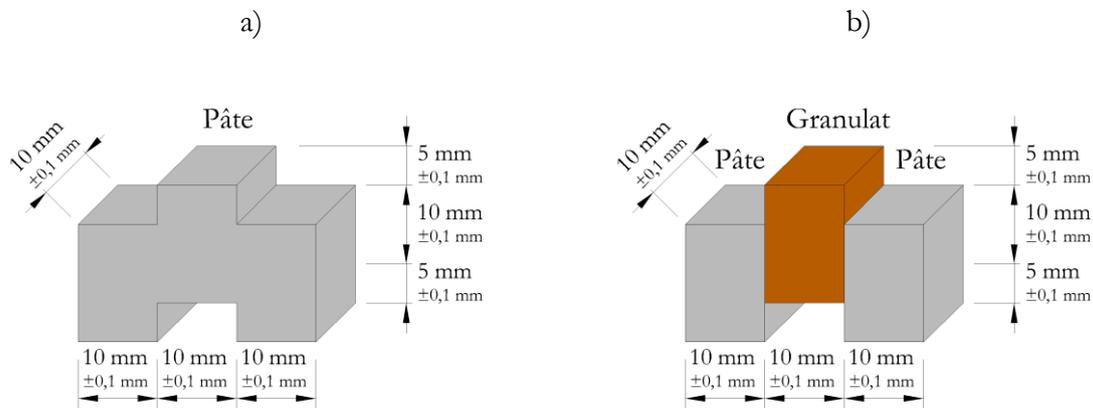


Figure 30 Échantillons en forme de Y inversé en pâte de ciment a) et composite pâte/granulat/pâte b) utilisés pour des essais de cisaillement

Afin d'assurer une bonne représentativité des échantillons, une exigence est de minimiser l'influence des conditions de mise en place sur la mesure des propriétés du matériau. Dans ce sens, un des défis est d'assurer une bonne répétabilité dimensionnelle et de minimiser l'impact de la procédure de fabrication sur les propriétés du matériau.

- Préparation des granulats

Afin de pouvoir fabriquer les échantillons composites, des granulats avec la forme souhaitée ont été obtenus à partir de roches réelles. Les granulats calcaires ont été obtenus à partir de roches massives issues d'une carrière de Villeneuve les Maguelone (Hérault, France), avant de subir différentes coupes pour atteindre une forme parallélépipédique de  $10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$ . L'étape préliminaire, de découpe, consiste à débiter au sein des blocs rocheux des plaques à faces parallèles de  $17 \pm 2 \text{ mm}$  d'épaisseur et des barreaux de  $12 \pm 2 \text{ mm}$  de largeur. Ensuite, les granulats ont été taillés aux dimensions souhaitées grâce à une tronçonneuse de précision de type Struers Secotom-15®. Cette tronçonneuse possède une meule rotative fixe et une table coulissante qui avance vers elle avec une vitesse programmée de  $0,5 \text{ mm/s}$ .

Afin d'atteindre les dimensions voulues pour les granulats, un porte-échantillon spécifique a été conçu. Ce dernier permet des coupes suivant un angle droit et de régler les dimensions des échantillons. La première étape de la découpe avec la tronçonneuse de précision consiste à usiner trois faces du granulat afin d'obtenir un angle trièdre rectangle. La seconde étape consiste à ajuster les dimensions du granulat par rapport aux trois faces de référence. Les granulats ont ensuite été mesurés et calibrés avant la préparation des échantillons. Les granulats présentant des défauts ou des déformations majeures ont été rejetés. Le résultat final est un granulat parallélépipédique avec des faces perpendiculaires et une tolérance géométrique de  $\pm 0,1 \text{ mm}$  (Figure 31).



Figure 31 Dimensions du granulat (a) et lot de 20 granulats après la découpe (b)

Les indicateurs statistiques des dimensions des échantillons obtenus sur un lot de 16 individus sont présentés dans le Tableau 6.

	Granulat	
	Épaisseur	Aire section
Moyenne	10,1 mm	101,6 mm <sup>2</sup>
Incertitude relative	0,98%	1,67%

Tableau 6 Précision dimensionnelle obtenue pour les granulats

- Fabrication des échantillons de pâte de ciment et des composites

Une étape très importante de ce travail a été de proposer le protocole de fabrication des échantillons à l'échelle locale, dont la géométrie n'est pas normalisée. En se référant à un cas plus classique pour les matériaux cimentaires, les éprouvettes en béton sont généralement fabriquées dans des moules rigides avec une précision dimensionnelle connue. Leurs parois sont huilées afin de diminuer leur adhérence et faciliter ainsi le démoulage. Cependant, ce type de moules présente l'inconvénient que l'application de l'huile et l'effet de paroi modifient les propriétés du matériau sur une certaine épaisseur, non négligeable pour l'échelle locale. De ce fait, un moule classique n'était pas

envisageable pour la présente étude et plusieurs types de moules ont été testés afin de choisir le modèle le plus adapté.

Le choix du type de moule approprié a été fait en tenant compte de plusieurs critères. Ces critères sont :

- la répétabilité dimensionnelle ;
- la non adhérence des parois ;
- l'étanchéité du moule ;
- la planéité des faces ;
- la facilité du démoulage sans endommager l'échantillon.

La première possibilité étudiée a été un moule rigide en aluminium formé par deux demi-moules en L. Les demi-moules ont été solidarisés puis fermés par du scotch afin de rendre l'échantillon étanche (Figure 32).

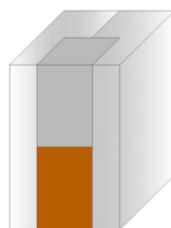


Figure 32 Représentation des moules en aluminium

Ce protocole de fabrication a donné une bonne répétabilité dimensionnelle des échantillons (Tableau 7) et a permis un démoulage facile sans endommager l'échantillon composite. L'étanchéité et la planéité des surfaces étaient satisfaisantes mais dépendaient de la qualité de mise en place du scotch. Néanmoins, ces moules présentent les problèmes suivants :

- les parois étaient assez adhérentes ;
- la préparation unitaire des moules était longue.

	Pâte	
	Épaisseur	Aire section
Moyenne	10,2 mm	101,6 mm <sup>2</sup>
Incertitude relative	1,17%	2,04%

Tableau 7 Précision dimensionnelle pour les échantillons en pâte fabriqués dans des moules en aluminium

Par conséquent, un autre type de moule souple en silicone a été confectionné. Ce type de moule présente l'avantage d'une réalisation rapide et en grande quantité.

Cette matière a été utilisée par d'autres expérimentateurs (Öztekin et al., 2016) pour fabriquer des moules pour des échantillons en béton. Ces moules en silicone présentent l'avantage de permettre une fabrication simple qui peut être adaptée à des géométries qui ne sont pas normalisées.

En ce qui concerne la fabrication des moules souples en silicone utilisés dans la présente étude, ils ont été réalisés par le coulage et la polymérisation du silicone liquide autour de contre-moules avec les dimensions souhaitées (Figure 33). On a pu ainsi réaliser des moules permettant la réalisation de plusieurs échantillons dans une coulée et ne nécessitant pas une préparation laborieuse.

La réponse de ces moules aux critères énoncés auparavant était très bonne. Outre la répétabilité dimensionnelle (Tableau 8), ces moules sont étanches, permettent d'obtenir des faces avec une bonne planéité et possèdent des parois non adhérentes qui facilitent aussi le démoulage. Donc, ce type de moule en silicone a été retenu pour la fabrication des échantillons.

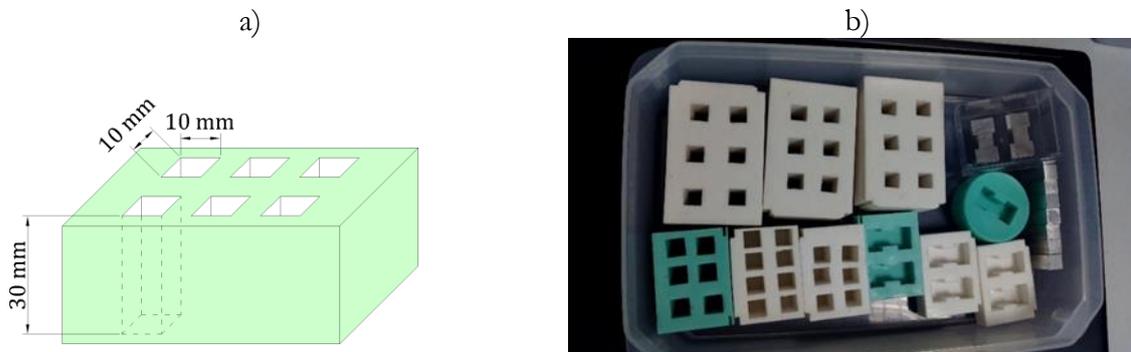


Figure 33 Moules en silicone. Dimensions (a) et exemples (b)

	Pâte	
	Épaisseur	Aire section
Moyenne	9,9 mm	97,4 mm <sup>2</sup>
Incertitude relative	1,31%	2,18%

Tableau 8 Précision dimensionnelle des échantillons en pâte de ciment coulés dans des moules en silicone

En ce qui concerne les échantillons composites pâte/granulat utilisés dans la présente étude, deux types de moules en silicone ont été fabriqués afin d'obtenir deux orientations de coulage différentes par rapport à la surface du granulat. Il s'agit des moules verticaux et moules horizontaux (Figure 34). La majorité des échantillons parallélépipédiques a été fabriquée dans des moules verticaux. Une autre partie de ces échantillons a été réalisée dans des moules horizontaux afin d'étudier l'effet du sens de coulage sur le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat. En ce qui concerne les échantillons en forme de Y inversé, la totalité des échantillons a été coulée dans des moules horizontaux.

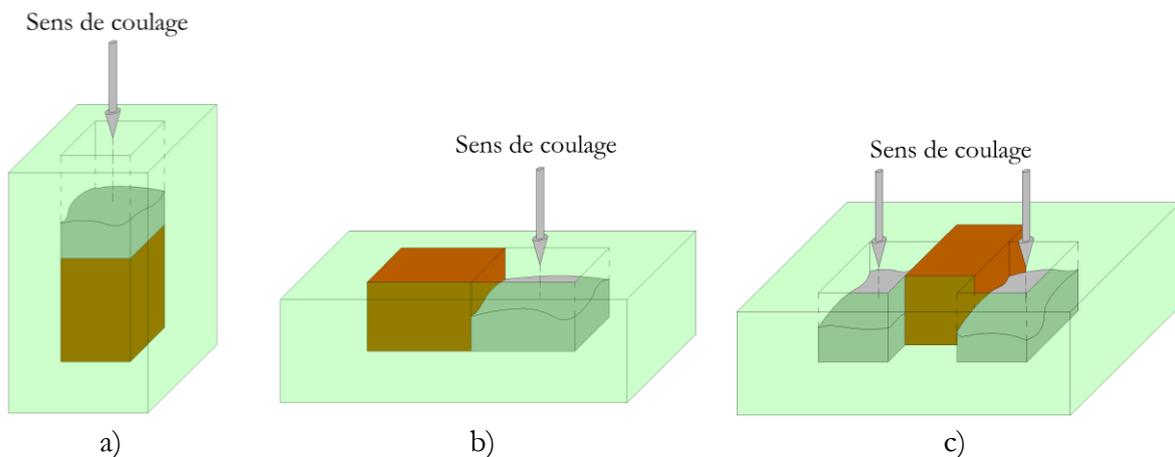


Figure 34 Orientation des échantillons composites parallélépipédiques (verticale – a) et horizontale – b) et en Y inversé (horizontale – c) pendant le coulage

Après la fabrication, les éprouvettes ont été conservées dans le moule pendant 24h dans un environnement à HR=100%. Ensuite, après démoulage, elles ont été conservées dans un bac d'eau

saturée en chaux (Figure 35) pendant 40 jours. Ce mode de conservation permet une hydratation optimale du matériau afin qu'il atteigne les propriétés requises, et prévient toute fissuration due à la dessiccation.

Après la période d'hydratation de quarante jours, une partie des échantillons a été prélevée pour tester les propriétés du matériau sain. L'autre partie a été soumise à la lixiviation pour étudier des propriétés du matériau dégradé.



Figure 35 Échantillons conservés dans un bain d'eau saturée en chaux pendant la période d'hydratation

### 3.4. Méthode de lixiviation accélérée

La lixiviation du béton est un processus très long par rapport aux durées des études en laboratoire. A titre d'exemple, il a été montré que pour un certain type d'échantillon macroscopique lixivié dans l'eau, une épaisseur dégradée de 4 cm est atteinte après 300 ans (Adenot, 1992). Il est alors nécessaire, pour des expérimentations menées en laboratoire, de recourir à des techniques d'accélération de la vitesse de dégradation. Dans ce sens, plusieurs méthodes ont été utilisées dans la littérature, dont on cite :

- l'application d'un champ électrique ;
- l'utilisation des solutions à pH acide par rapport au pH du béton ;
- l'augmentation de la température ;
- l'utilisation d'une solution de nitrate d'ammonium.

Le principe de l'application d'un champ électrique aux bornes de l'éprouvette consiste à diriger les ions Calcium de l'anode vers la cathode par l'application d'une différence de potentiel électrique aux bornes d'une éprouvette. Ainsi, des concentrations très élevées en Calcium sont obtenues près de la cathode alors qu'au niveau de l'anode, le Calcium est épuisé. Cette méthode permet d'accélérer la vitesse de dégradation de 50 à 500 fois par rapport au scénario de base dans l'eau pure (Gerard et al., 1998 ; Le Bellégo et al., 2000 ; Saito et al., 1992). En revanche, dans ce scénario de dégradation accélérée, plusieurs aspects diffèrent du scénario de base. En effet, le profil de la concentration en Calcium dans la zone dégradée n'est pas similaire au cas de la dégradation dans l'eau et la vitesse de dégradation est proportionnelle au temps, ce qui ne rend pas compte du phénomène diffusif de la dégradation.

D'autres solutions pour l'accélération de la vitesse de dégradation est représentée par l'utilisation des solutions à pH relativement acide par rapport à celui du béton (Revertegat et al., 1992) ou par chauffage de la solution de dégradation (Kamali et al., 2003). L'avantage de ces deux types de méthodes est d'obtenir des cinétiques de dégradation proportionnelles à la racine carrée du temps, similaire au scénario de base (Revertegat et al., 1992). Cependant, ces méthodes permettent d'accélérer la vitesse de dégradation jusqu'à 10 fois par rapport au scénario de base en eau pure, ce qui reste relativement long pour atteindre le processus de dégradation complète en laboratoire dans un délai raisonnable.

Une dernière méthode de dégradation rencontrée dans la littérature consiste en l'utilisation d'une solution de nitrate d'ammonium en tant qu'agent chimiquement agressif, à la place de l'eau. Cette méthode permet d'accélérer la vitesse de dégradation due à une forte solubilité des hydrates dans la solution (Lea, 2012). Premièrement, suite à la diffusion, le nitrate d'ammonium en milieu basique se dissocie, entraînant la portlandite en réaction. La différence par rapport au scénario naturel est que la dissolution de la portlandite commence pour des concentrations en Calcium dans la solution interstitielle plus élevées, donc plus rapidement. Ainsi, la dissolution de la portlandite est facilitée et l'échange de matière avec l'environnement est accéléré du fait du fort gradient de concentration en Calcium entre la solution interstitielle et l'environnement extérieur (Nguyen, 2005). La dégradation dans une solution de nitrate d'ammonium présente une cinétique proportionnelle à la racine carrée du temps, propre aux phénomènes diffusifs et donc similaire au scénario de base. Cette méthode permet d'atteindre des vitesses de dégradation de la lixiviation de 100 à 300 fois plus grande que dans l'eau pure, donc une vitesse élevée. Un autre avantage de cette méthode est l'allure similaire du profil de concentration en Calcium dans la zone dégradée avec la dégradation naturelle (Figure 36) (Carde, 1996).

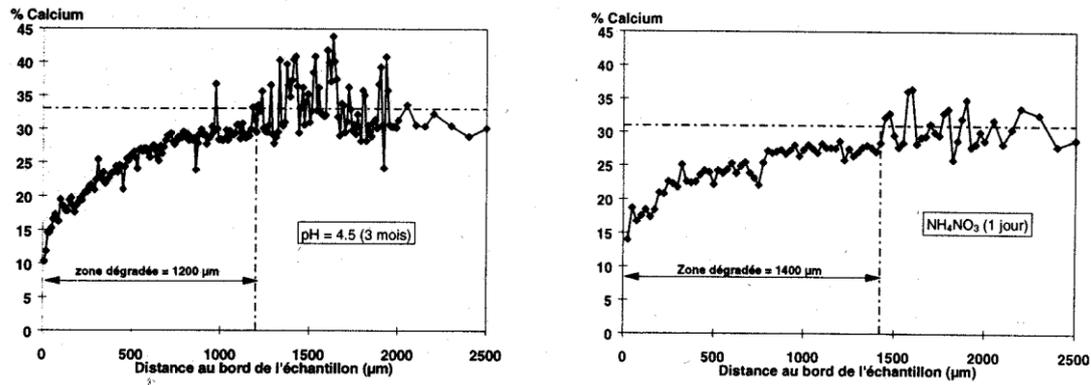


Figure 36 Profils de concentration en Calcium dans la zone dégradée par une eau déminéralisée (a) et par le nitrate d’ammonium (b) (Carde, 1996)

Parmi les méthodes évoquées pour l’accélération de la dégradation, celle qui a été choisie pour la présente étude est l’utilisation de la solution de nitrate d’ammonium en tant qu’agent agressif. Cette méthode a été choisie grâce à sa grande vitesse de dégradation chimique et à la similitude entre la nature du processus de dégradation ainsi développé et le scénario de dégradation réel de référence. Même si, à l’échelle locale, les temps de dégradation sont plus courts, une accélération importante conviendrait grâce à la limitation des temps d’analyse et à la possibilité de réaliser plusieurs séries d’essais.

En ce qui concerne la concentration de la solution de nitrate d’ammonium utilisée pour dégrader les échantillons, elle est similaire à celle utilisée par d’autres auteurs (Carde et al., 1996; Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005) : 6 moles / litre. Cela correspond à 480 grammes de nitrate d’ammonium pour 1 litre d’eau.

Outre la concentration, la quantité de solution consacrée à chaque échantillon influe sur le processus de dégradation. Il a été démontré que tant que le pH de la solution agressive reste inférieur à 9,25, son pouvoir de dégradation demeure intact (Heukamp et al., 2002). Le volume de solution de nitrate d’ammonium consacré à chaque échantillon a été fixé pour remplir cette condition et éviter le renouvellement. Ce volume, noté  $V_s$  a été calculé d’après une relation qui existe dans la littérature (Le Bellégo, 2001):

$$V_s = 0,048C\gamma V_d \quad (3.1)$$

où,  $C$  (gramme/litre) est la teneur en ciment du matériau soumis à la dégradation,  $\gamma$  (%) est le pourcentage d’oxyde de Calcium dans le ciment anhydre et  $V_d$  (litre) est le volume du matériau soumis à la dégradation. A travers cette formule, la quantité de solution utilisée pour chaque échantillon, 60 grammes est suffisante, tenant compte du ciment et du volume des échantillons.

Suite au choix des caractéristiques de la solution agressive, la mise en place de la dégradation a été complétée par le choix de sa configuration géométrique et par la façon de répartir les échantillons.

Concernant la configuration géométrique de la dégradation, elle a été réalisée en mettant en contact 2 faces longitudinales opposées avec la solution agressive. Les autres faces ont été protégées par l’application d’un scotch étanche avant de plonger les échantillons dans la solution de nitrate d’ammonium (Figure 37). Les échantillons ont été ainsi soumis à une dégradation unidirectionnelle qui se propage perpendiculairement aux faces attaquées par la solution agressive.

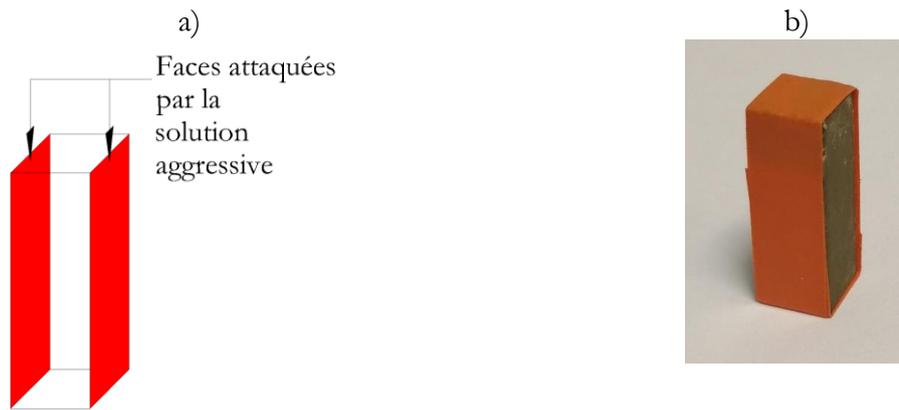


Figure 37 Configuration de la dégradation chimique : schéma (a) et exemple (b)

Cela donne naissance, en coupe transversale, à l'apparition de deux zones dégradées sur les deux côtés de la zone saine situé au milieu (Figure 38). Le choix de cette configuration de dégradation unidirectionnelle est dicté par un besoin d'assurer l'uniformité des fronts de dégradation sur l'épaisseur. Cela est préférable afin de faciliter l'interprétation de l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques des échantillons.

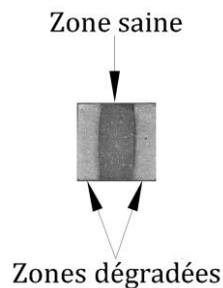


Figure 38 Section transversale d'un échantillon dégradé

Ensuite, afin de finaliser la mise en place de la dégradation chimique, les échantillons ont été dégradés individuellement en température ambiante constante. En effet, chaque échantillon est dégradé dans son récipient, avec le même volume de solution agressive, suffisante pour éviter le renouvellement (Figure 39). Cette méthode de dégradation individuelle assure un conditionnement uniforme de tous les échantillons, en l'absence d'une agitation mécanique. Cette agitation mécanique est une méthode qui sert à homogénéiser une solution dans laquelle tous les échantillons sont conservés ensemble. (Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005).



Figure 39 Méthode de dégradation individuelle

Les échantillons ainsi dégradés ont été soumis à la lixiviation pour plusieurs durées de dégradation : 0,75 ; 2 ; 4 ; 8 ; et 12 jours. A chaque pas de temps, les échantillons destinés à des essais mécaniques ont été prélevés et conservés dans l'eau jusqu'à l'essai a minima une journée.

### 3.5. Observations à l'échelle de la microstructure

La dégradation chimique des matériaux cimentaires soumis à la lixiviation se produit suite à une dissolution qui cause des changements significatifs dans leur microstructure. Par conséquent, afin de caractériser la progression et la nature de la dégradation chimique, mais aussi son effet sur des propriétés mécaniques, des observations à l'échelle de la microstructure ont été conduites. Ces observations sont focalisées sur la cinétique de la dégradation, la dissolution chimique et sur la rigidité du matériau dégradé.

#### 3.5.1. Cinétique de dégradation

Dans le cadre des analyses à l'échelle de la microstructure, le premier aspect abordé est la cinétique de dégradation. La connaissance de la cinétique de dégradation est nécessaire afin de déterminer l'état d'avancement de la dégradation, mais aussi pour interpréter ensuite l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la pâte et de la liaison pâte/granulat.

Afin de déterminer la cinétique de dégradation, plusieurs méthodes ont été utilisées dans la littérature, afin de déterminer le plus souvent l'évolution de l'épaisseur dégradée. Ces méthodes sont surtout destinées à localiser la position du front de dégradation à partir duquel l'épaisseur dégradée est déterminée pour différentes durées de dégradation. Dans certains cas, elles peuvent fournir des informations supplémentaires sur la nature de la dégradation. Les méthodes les plus utilisées dans la littérature pour la mesure de l'épaisseur dégradée sont les indicateurs colorés, les mesures EDS et les observations par microscope optique (Figure 40).

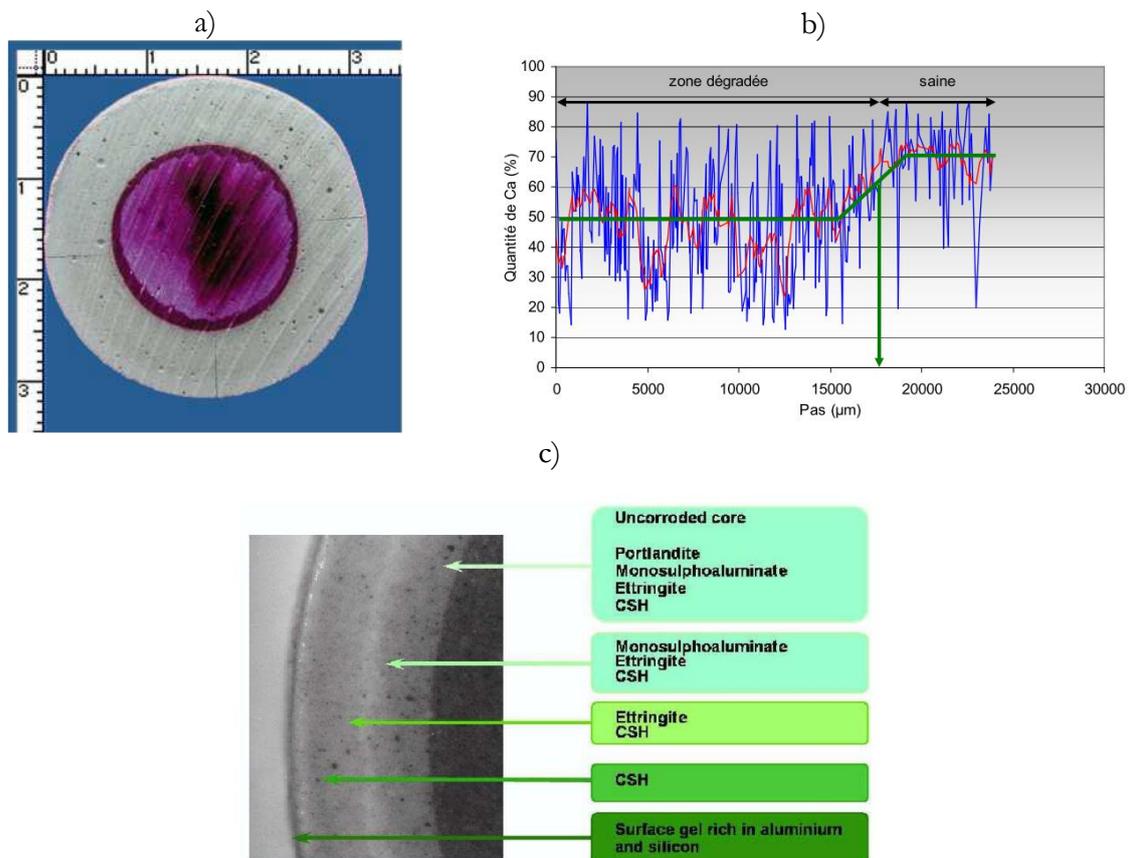


Figure 40 Différentes méthodes de Mesure de l'épaisseur dégradée. Mesure à l'aide de la phénolphtaléine (a) (Nguyen, 2005) ; Mesure à partir des profils de concentration chimique obtenus par EDS (b) (Camps, 2008) ; Mesure à l'aide de la microscopie optique (c) (Adenot and Faucon, 1996)

En ce qui concerne la première méthode, celle des indicateurs colorés, le plus utilisé est la phénolphthaléine, qui change sa couleur en fonction du pH. A l'état initial, elle est incolore mais elle devient rose quand elle est en contact avec des solutions avec pH supérieur à 11. Par conséquent, en appliquant la phénolphthaléine sur une section transversale d'un échantillon en béton, la zone saine devient rose et la zone dégradée garde sa couleur naturelle (Figure 40 a).

Pourtant, en considérant que le pH de la solution interstitielle dans la zone saine est voisin de 13, donc supérieur à 11 (valeur associée au changement de couleur), l'épaisseur de la zone incolore n'est pas égale à l'épaisseur de la zone dégradée. Il est quand même possible pour des bétons à base de CEM I (ciment portland pur) de calculer la valeur exacte de l'épaisseur dégradée à travers la formule (Le Bellégo, 2001) :

$$e_d = 1,17 * e_{ph} \quad (3.2)$$

où  $e_d$  l'épaisseur dégradée réelle et  $e_{ph}$  représente l'épaisseur dégradée mesurée moyennant la phénolphthaléine

Les avantages de la méthode de mesure de l'épaisseur dégradée par phénolphthaléine sont la simplicité et la rapidité qui rendent possible d'analyser un grand nombre d'échantillons en même temps. Les inconvénients sont liés à ses limitations : elle ne renseigne pas sur l'état local de dégradation et ne donne pas accès directement à l'épaisseur dégradée.

Une autre méthode de mesure de l'épaisseur dégradée est l'analyse chimique EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) qui permet aussi de localiser le front de dégradation à travers des profils de concentrations chimiques. Sur un profil de concentration linéaire réalisé dans la direction de la dégradation, la position du front de dégradation correspond au point où la concentration en Calcium atteint la valeur moyenne de la zone saine (Camps, 2008; Carde et al., 1996; Le Bellégo, 2001). Au-delà de la localisation du front de dégradation, cette méthode permet aussi d'accéder au profil des concentrations élémentaires dans la zone dégradée. Ainsi, d'après le profil de concentration en Calcium, deux sous-zones de dégradation peuvent être distinguées (Figure 40 b).

Les avantages de cette méthode tiennent dans la possibilité de l'analyse chimique directe qui permet la localisation des deux fronts de dégradation et renseigne sur la nature de la dégradation chimique. En fait, le front de dégradation principal est le front de dissolution de la portlandite, tandis que le front intermédiaire est celui de la décalcification des C-S-H. Les inconvénients de la méthode résident dans la difficulté de la préparation des échantillons. Le polissage spécifique requis demande des manipulations longues et laborieuses.

Une dernière méthode de détermination de la cinétique rencontrée dans la littérature et considérée pertinente pour la présente étude est représentée par l'observation optique. Ce genre d'observation permet la localisation des fronts de dégradation en fonction de la position du changement de couleur dans la zone dégradée. Plusieurs auteurs (Adenot and Buil, 1992; Kamali et al., 2003) se sont servis des observations optiques couplées avec des analyses chimiques pour localiser, selon le cas, le front de dégradation principal et/ou le front intermédiaire (Figure 40).

L'avantage de cette méthode est une réalisation relativement simple, qui donne une bonne représentativité, malgré certaines limitations. En réalité, cette méthode permet la mesure de l'épaisseur dégradée, mais ne donne pas accès directement aux concentrations chimiques. De ce fait, pour la validation de l'épaisseur dégradée mesurée par observations optiques, des analyses chimiques peuvent s'avérer nécessaires. Néanmoins, la confrontation des résultats obtenus par observations optiques et par analyses chimiques a montré un bon accord, validant ainsi la méthode de mesure par observations optiques.

Donc, en tenant compte des avantages et des inconvénients de chacune des méthodes présentées, il a été décidé de recourir à des observations optiques couplées avec des analyses chimiques EDS pour la mesure des épaisseurs dégradées. Ce choix est justifié par une volonté d'analyser autant la cinétique de dégradation, que la dissolution chimique.

L'outil employé pour la mesure des épaisseurs dégradées, un scanner optique, permet la mesure des niveaux de gris avec des résolutions qui peuvent atteindre  $2\mu\text{m}$ . Le contraste suffisant entre le niveau de gris de la zone saine et celui de la zone dégradée a rendu possible leur délimitation et donc la mesure de l'épaisseur dégradée pour plusieurs durées de dégradation. Ensuite, l'évolution des niveaux de gris dans la zone dégradée sera comparée avec celles des concentrations chimiques et des propriétés micro mécaniques pour vérifier la valeur de l'épaisseur dégradée mesurée.

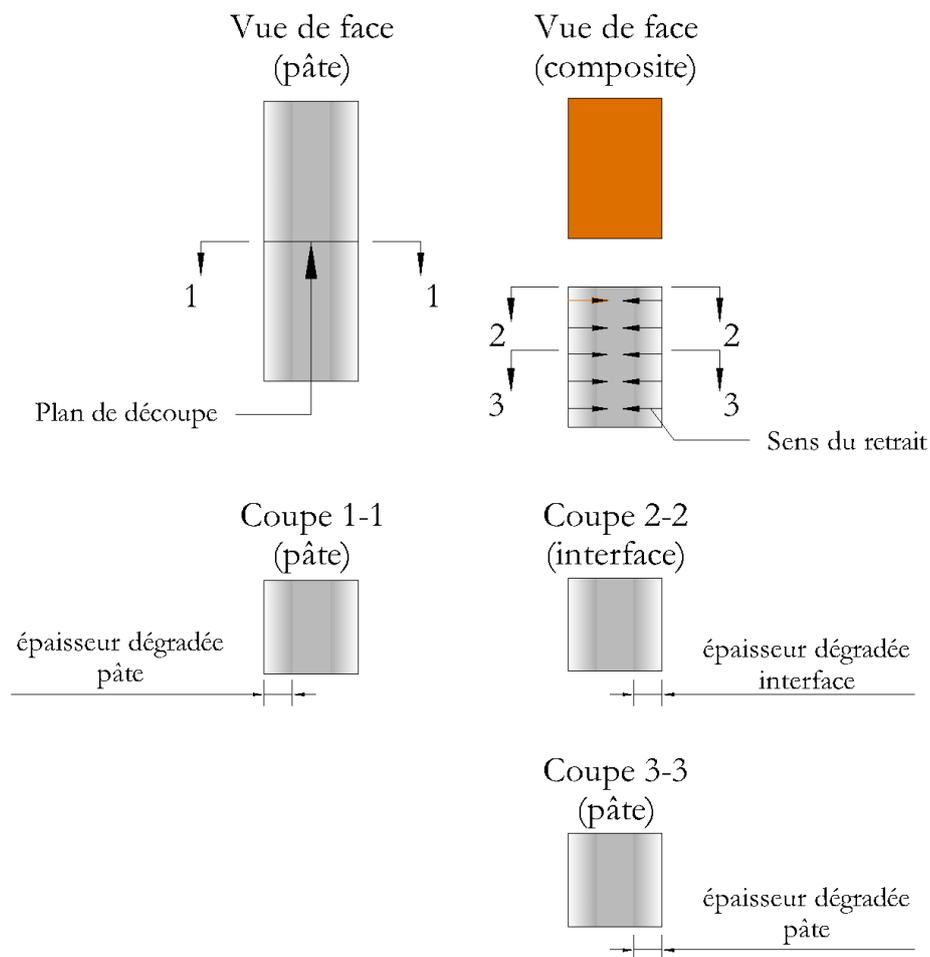


Figure 41 Sections transversales des échantillons en pâte et composites où les mesures des épaisseurs dégradées ont été faites

La mesure de l'épaisseur dégradée a été réalisée sur des sections transversales des échantillons parallélépipédiques en pâte de ciment et composites pâte/granulat, coulés verticalement, pour chaque durée de dégradation, afin de déterminer les cinétiques de dégradation (Figure 41). En ce qui concerne les composites, les mesures des épaisseurs dégradées ont été faites au cœur de la pâte de ciment et à l'interface. Les mesures à l'interface ont été possibles suite à la décohésion des composites à l'interface pâte/granulat, favorisée par le retrait de dessiccation. Afin d'obtenir cela, les composites ont été conservés après la période de dégradation dans une atmosphère à HR

comprise entre 60% et 70%, afin de générer un retrait suffisant qui facilite le détachement à l'interface (Monteiro and Mehta, 1985).

Après avoir obtenu l'accès aux sections transversales, la mesure des épaisseurs dégradées a été réalisée grâce à l'observation des niveaux de gris sur la médiane de ces sections (Figure 42). La dynamique de numérisation des images a généré une échelle de niveaux de gris comprise entre 0 et 255. Sur les images obtenues, l'évolution du niveau de gris a permis la localisation du front de dégradation suite aux différences qui existent entre les valeurs des niveaux de gris rencontrés dans la zone saine et ceux rencontrés dans la zone dégradée. Pour des raisons de bruit de mesure, les niveaux de gris ponctuels ont été obtenus en moyennant les valeurs des pixels situés dans une zone de 10 pixels autour du point considéré.

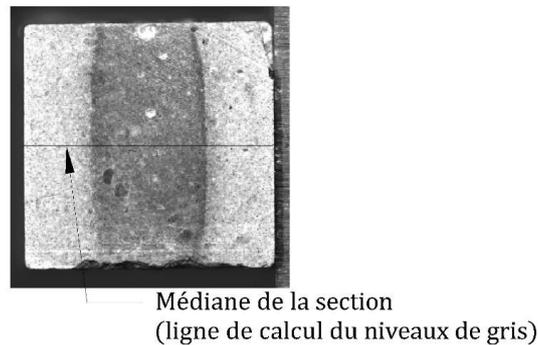


Figure 42 Zone de calcul des épaisseurs dégradées

A part la mesure de l'épaisseur dégradée, l'accès à l'évolution des niveaux de gris obtenus par analyse d'image rend possible une comparaison avec les évolutions des valeurs ponctuelles des grandeurs mesurées par EDS et micro indentation. Cette comparaison est réalisée pour observer l'éventuelle liaison entre les propriétés analysées et sera abordée par la suite.

### 3.5.2. Préparation des échantillons pour des analyses EDS et micro indentation

Les analyses chimiques par EDS, réalisées en environnement MEB, et la micro indentation sont effectuées sur une surface de l'échantillon. Ces deux types d'observations demandent un état de planéité suffisant de la surface, afin de réduire la dispersion artificielle des résultats générée par la rugosité. L'état de surface souhaité est donc obtenu par polissage de la surface brute. Afin de réaliser ce polissage, l'incorporation de l'échantillon dans une capsule en résine époxydique est recommandée (Figure 43).

Cette capsule en résine a deux fonctions :

- soutenir la microstructure de l'échantillon pendant le polissage suite au remplissage des pores,
- permettre la distinction des pores suite aux analyses chimiques MEB/EDS, grâce à la composition chimique différente de la résine par rapport à la pâte de ciment.

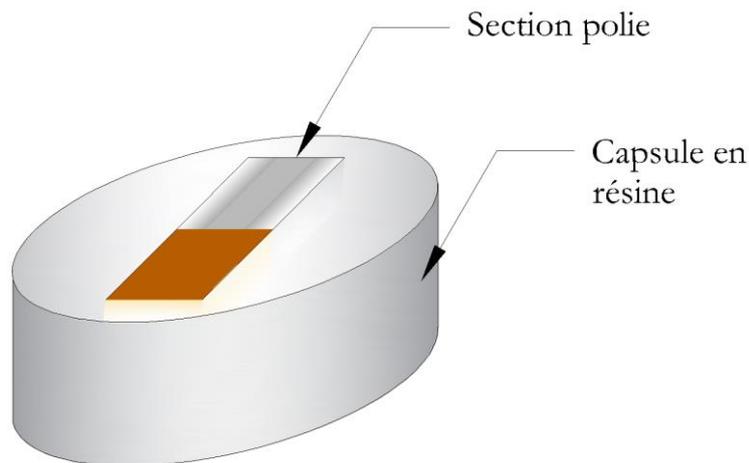


Figure 43 Capsule en résine d'un échantillon composite

Généralement, avant l'imprégnation, les échantillons sont séchés afin de permettre une pénétration plus profonde de la résine dans les pores du matériau.

Le polissage est réalisé sur des tourets qui usinent la surface des échantillons afin de réduire la rugosité. Cette opération est réalisée en plusieurs étapes par des disques abrasifs dont les granularités diminuent progressivement. Le polissage est réalisé en deux phases : le polissage grossier et le polissage fin. Le polissage grossier permet de réduire de manière significative la rugosité et de rendre la surface de l'échantillon horizontale. Il est réalisé à l'aide des papiers abrasifs de granularité décroissante (de 200 à 10  $\mu\text{m}$  approximativement) afin d'arriver à une rugosité qui permet le polissage fin. Le polissage fin quant à lui, est réalisé le plus souvent à base de suspension diamantée (granularité entre 10 $\mu\text{m}$  et 0.25  $\mu\text{m}$ ) qui permettent de rendre l'état final de planéité souhaité.

Plusieurs études dans la littérature (Miller et al., 2008; Nguyen, 2013; Xiao et al., 2013; Xu et al., 2017) révèlent la difficulté du polissage des matériaux cimentaires du fait de leur nature poreuse, composite et sensible au contact avec des substances chimiques. Ces auteurs proposent aussi différents protocoles de polissage.

Pour la présente étude, la méthode de polissage a été choisie de façon à garantir une bonne représentativité des analyses et à préserver au maximum la structure de l'ITZ. Avant le polissage, une couche surfacique suffisamment épaisse a été enlevée par usinage, afin d'accéder à une zone intérieure représentative pour les propriétés du matériau. Cette opération a été réalisée en préservant la liaison pâte/granulat. Après cette étape, plusieurs méthodes de polissage ont été testées, dont les variables sont liées à la durée de séchage et au type de lubrifiant utilisé.

Une première solution testée pour le polissage a été de limiter le temps de séchage afin de minimiser l'endommagement de la liaison pâte/granulat suite au retrait de dessiccation. Cette solution a présenté un défaut majeur : la microstructure ne peut pas être renforcée par l'imprégnation de la résine. Par conséquent, la liaison pâte/granulat est endommagée pendant le polissage, mais aussi dans les chambres des appareils d'analyse, ou le retrait de dessiccation ne peut pas être complètement évité, à cause de la faible humidité.

La deuxième possibilité testée pour le polissage impliquait un séchage préalable et la lubrification à l'eau. L'échantillon a été séché pendant un jour afin d'éliminer l'eau emmagasinée dans les pores et faciliter une imprégnation plus profonde avec la résine.

Suite au polissage, des microfissures ont été remarquées au niveau de l'ITZ. Cependant, ces fissures sont remplies de résine et donc elles sont antérieures au polissage et ne sont pas générées par celui-ci. Alors, même si la liaison pâte/granulat a été endommagée, la composition chimique n'est pas affectée et les analyses chimiques réalisées à ce niveau peuvent être considérées représentatives.

Pourtant, les observations EDS dans la zone saine ont indiqué des rapports Ca/Si réduits (inférieurs à 1) sur toute la surface de la pâte de ciment (Figure 44 a), au niveau du cœur de la pâte de ciment et dans la proximité de l'interface. L'apparition de ces rapports Ca/Si réduits est la conséquence d'une décalcification due à une lixiviation accidentelle. Cette lixiviation s'est produite suite au contact de l'échantillon avec l'eau pendant le polissage. Cette décalcification accidentelle est confirmée par les analyses de micro indentation. Le module d'élasticité moyen mesuré dans la pâte était inférieur aux valeurs attendues (Figure 44 b).

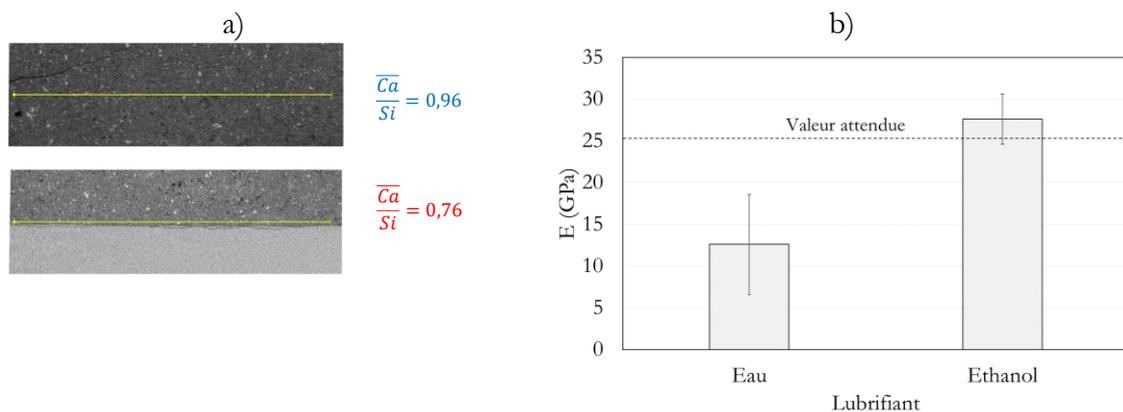


Figure 44 Rapports Ca/Si moyens dans la proximité de l'interface avec le granulat et au niveau du cœur de la pâte de ciment durcie a) ; Comparaison entre les modules d'Young de la pâte suite au polissage avec les deux types de lubrifiants : eau et éthanol b)

La dernière solution testée pour le polissage impliquait le séchage préalable et la lubrification à l'alcool. Comme pour le cas du polissage à l'eau, des fissures dues au retrait ont été remarquées à l'interface, dans la zone dégradée, mais elles étaient remplies de résine. En revanche, cette dernière méthode permet d'éviter la lixiviation accidentelle de la pâte de ciment due au remplacement de l'eau par l'alcool en tant que lubrifiant. Les compositions chimiques (rapports Ca/Si) et les paramètres mécaniques de la pâte de ciment ont été en accord avec les résultats présentés dans la littérature (Figure 44 b). Par conséquent, cette méthode a été préférée pour le polissage. Pourtant, du fait des contraintes de temps imposées par la préparation laborieuse de polissage, l'analyse de la dissolution chimique ainsi que l'observation des propriétés mécaniques à l'échelle de la microstructure n'ont été réalisées que pour une seule durée de dégradation.

### 3.5.3. Analyse de la dissolution chimique par EDS

Les analyses chimiques par EDS ont été réalisées en environnement MEB pour évaluer l'état de dissolution chimique généré par la lixiviation au niveau de l'ITZ et du cœur de la pâte. Le choix de ce type d'analyse a été fait en tenant compte des caractéristiques spécifiques de différents types d'analyses MEB qui sont disponibles. En effet, en environnement MEB, plusieurs types d'analyse peuvent être réalisées. Elles sont rendues possibles par le traitement des différents types d'émissions générées suite à l'application d'un faisceau d'électrons sur la surface de l'échantillon.

Cela donne naissance à une « poire d'interaction » (Figure 45). La poire d'interaction est le volume élémentaire affecté par un bombardement électronique ponctuel. Sa réponse génère des émissions qui sont ensuite quantifiées par des capteurs spécifiques. Parmi les émissions générées, on compte les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés et les rayonnements X (Goldstein et al., 2007).

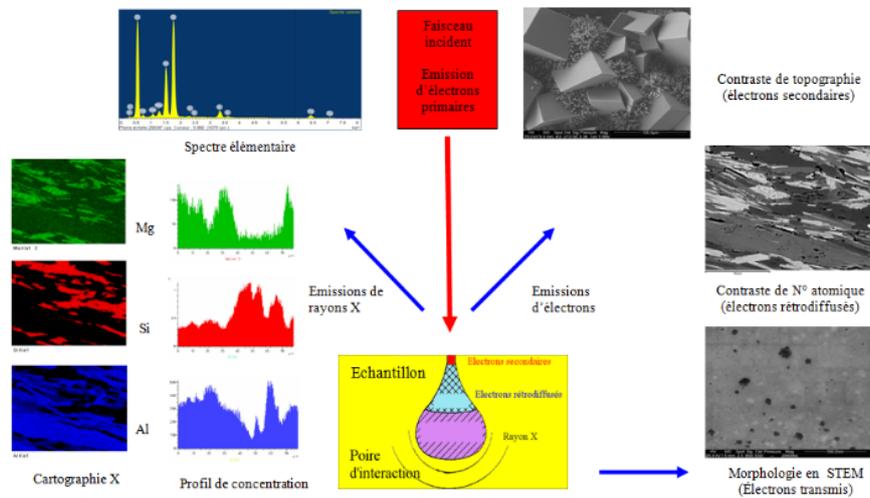


Figure 45 Principe d'une analyse ponctuelle par MEB : volume élémentaire caractérisé (poire d'interaction) et zones de calcul pour les trois principaux types d'analyses : électrons secondaires, électrons rétrodiffusés et rayons X (Nguyen, 2013)

Les électrons secondaires, émis dans la partie superficielle de la poire d'interaction, sont des électrons des atomes provenant du matériau et qui sont éjectés suite à la collision avec le faisceau incident. Ils sont sensibles à la topographie locale. Leur traitement permet la reconstitution des images de haute résolution de la microstructure.

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons originaires du faisceau incident reflétés suite à la collision élastique avec le matériau analysé. L'origine de ces électrons est située dans la partie médiane de la poire d'interaction. L'émission de ces électrons offre des informations sur la composition chimique et sur la topographie de la zone analysée. Le nombre d'électrons rétrodiffusés suit une évolution monotone en fonction du numéro atomique. Ainsi, la quantification de l'émission des électrons rétrodiffusés peut indiquer le numéro atomique moyen du volume caractérisé. Donc, sur des images de la topographie de la zone analysée, obtenues en mode électron rétrodiffusé (Back Scattered Electron –BSE en anglais), le niveau de gris dépend des numéros atomiques locaux. Ces images obtenues en mode BSE ont des résolutions moins bonnes que les images obtenues en mode électron secondaire, mais offrent la possibilité de cartographier les zones en fonction de leur numéro atomique moyen. Elles présentent donc un compromis entre une observation de la topographie et une analyse de la composition chimique.

En ce qui concerne les rayons X, ils sont des photons générés dans la partie basse de la poire d'interaction. L'énergie du rayonnement X est spécifique à chaque élément chimique. Par conséquent, le détecteur EDS (Energy Dispersive X- ray Spectrometry), en quantifiant les rayons X émis dans le volume analysé, permet d'obtenir le spectre élémentaire des concentrations chimiques (Figure 46). A partir d'un ensemble de mesures ponctuelles des concentrations chimiques, des lignes de profils des concentrations et des cartographies peuvent être obtenues.

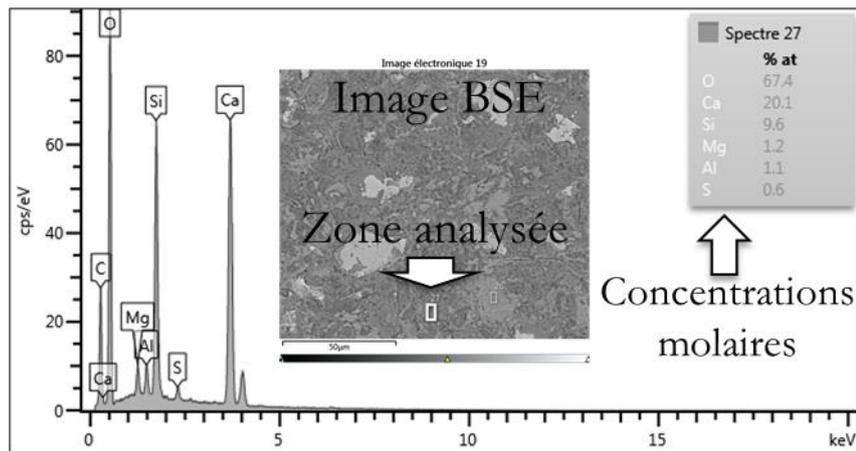


Figure 46 Spectre des concentrations molaires élémentaires obtenues dans une zone choisie à l'intérieure d'une image BSE

En tenant compte des caractéristiques des analyses chimiques réalisées en environnement MEB, le type d'analyse souhaité pour la présente étude a été choisi en se référant aussi à des ouvrages dans la littérature sur des thématiques similaires. Dans le cas du béton, l'analyse des images obtenues en mode BSE est surtout utilisée pour la quantification des phases dans la matrice cimentaire (Diamond, 2004; Diamond and Huang, 2001; Leemann et al., 2010, 2006; Scrivener et al., 2004) du béton sain. Les pores capillaires (diamètre de l'ordre du micron) sont généralement remplis de résine qui est composée d'atomes de carbone, d'oxygène et de chlore. Les autres phases sont composées d'atomes de Calcium, de silicium et d'oxygène. Alors le classement des phases dans l'ordre croissant du numéro atomique moyen est : la porosité remplie de résine, les C-S-H, la portlandite et le ciment non hydraté (silicates de Calcium anhydres). Par conséquent, suite à un seuillage des niveaux de gris de l'image, les fractions volumiques des phases de la microstructure peuvent être déterminées.

Un autre type d'analyse chimique est celle de la décalcification de la pâte de ciment dans la zone dégradée. Comme il a été évoqué dans le paragraphe 3.5.1, l'évolution de la concentration en Calcium dans la zone dégradée de la pâte de ciment obtenue par cette méthode peut servir à localiser le front de lixiviation.

Une autre possible d'utiliser l'analyse chimique est représentée par l'analyse du rapport Ca/Si au niveau de l'ITZ. Dans cette zone, à cause d'une plus forte teneur en portlandite, le rapport Ca/Si est supérieur à celui du cœur de la pâte (Larbi, 1991; Nguyen, 2013; Wu et al., 2016; Yuan and Odler, 1987). Une telle observation du rapport molaire Ca/Si est particulièrement intéressante dans le contexte de la lixiviation de la pâte et de l'ITZ. A l'état dégradé, le niveau de dissolution de la zone dégradée peut être estimé à partir des valeurs de ce rapport, qui est lié à la dissolution de la portlandite et la décalcification des C-S-H.

Par conséquent, après avoir pris en compte ces méthodes utilisées dans la littérature, lors de cette étude, on a décidé de se concentrer sur une analyse chimique EDS pour évaluer l'état de dissolution de la pâte et de l'ITZ. Des profils linéaires de concentration chimique sont réalisés afin d'observer les gradients chimiques qui se développent entre les zones saines et dégradées (Figure 47). Dans ce sens, deux types de profils linéaires de concentrations chimiques sont réalisés : des profils linéaires perpendiculaires à l'interface pâte/granulat et des profils linéaires parallèles à l'interface et à la direction de propagation de la dégradation.

Les profils linéaires perpendiculaires à l'interface sont réalisés dans la zone saine et dans la zone dégradée (Figure 47 a) autour de l'interface entre la pâte et le granulat. Ainsi, on accède à un champ discret de concentration au niveau de l'ITZ et du cœur de la pâte de ciment. L'évolution des concentrations chimiques est analysée en fonction de la distance par rapport au granulat et en fonction de la distance par rapport au bord des échantillons. Ces mesures permettront de comparer l'état de la dissolution au sein de l'ITZ et du cœur de la pâte de ciment.

L'autre type de profils linéaires réalisés, parallèles à l'interface et à la direction de dégradation (Figure 47 b), permettent de localiser la position du front de dégradation de la pâte de ciment. A travers l'évolution de la concentration en Calcium issue de ces profils, le front de dégradation peut être localisé. Sa position peut être ensuite comparée à celle indiquée par l'analyse d'image pour vérifier la fiabilité des deux types de mesures réalisées.

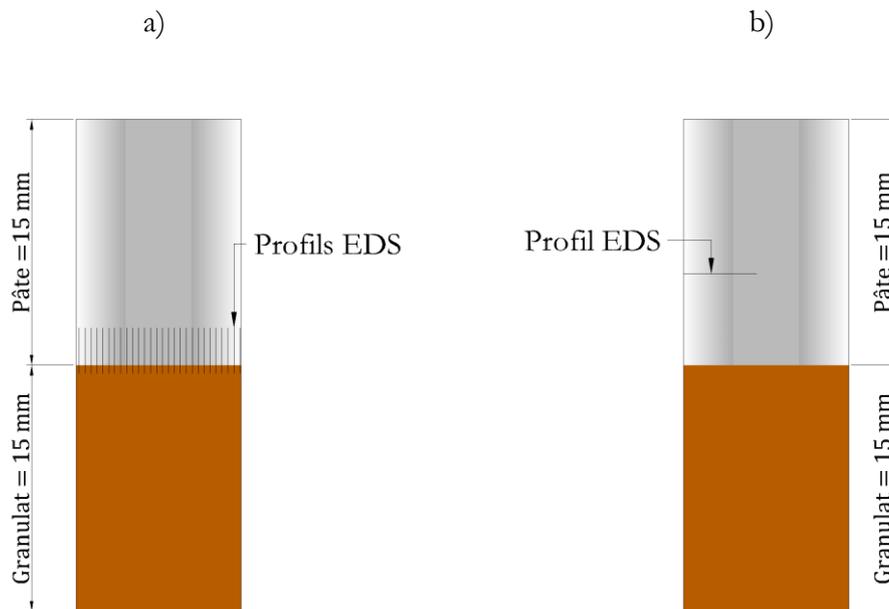


Figure 47 Profils EDS dans la zone dégradée de la pâte

La réalisation de ces deux types de profils linéaires donne donc accès aux distributions des concentrations chimiques dans la zone dégradée et dans la zone saine. Par la suite, cette évolution peut être comparée à celle de la rigidité, observée par micro indentation, afin d'explorer l'effet de la dissolution sur le comportement mécanique à l'échelle de la microstructure de la pâte.

### 3.5.4. Micro indentation

Comme il a été évoqué dans les paragraphes précédents, la lixiviation génère une dissolution du Calcium de la pâte de ciment. Cela modifie ses propriétés mécaniques. A l'intérieur de la zone dégradée, l'ampleur de la dissolution n'est pas constante, ce qui peut générer des gradients des propriétés mécaniques. Pourtant, la variation de certaines propriétés mécaniques dans cette zone n'est identifiable que par des méthodes spécifiques, qui permettent des mesures localisées. Parmi ces méthodes on peut citer la micro indentation.

L'indentation, au sens large, est une technique utilisée pour la détermination des propriétés élastiques du matériau à une échelle micrométrique (micro-indentation) et qui peut être utilisée aussi à une échelle nanométrique (nano-indentation). Le principe de la méthode consiste dans la réalisation de séquences charge – décharge par un instrument pointu rigide qui pénètre la surface

du matériau afin de mesurer la dureté et le module d'élasticité ponctuel (Figure 48 a). Ensuite, les propriétés du matériau peuvent être obtenus à travers l'analyse statistique des mesures ponctuelles des grilles d'indentation (Figure 48 b). En ce qui concerne la délimitation entre micro-indentation et nano-indentation, elle peut être faite en fonction de la profondeur d'indentation. La profondeur d'indentation est proportionnelle à la taille de la zone d'influence pour laquelle les propriétés ponctuelles sont obtenues. Sous ces conditions, la micro-indentation et la nano-indentation sont orientés pour des objectifs adaptés à leurs échelles d'observation. Pour des profondeurs d'indentation micrométriques, à travers la micro-indentation, les propriétés mécaniques moyennes à l'échelle de la microstructure. La nano-indentation, quant à elle, correspond à des profondeurs d'indentation nanométriques. Elle peut servir à déterminer les propriétés mécaniques des composantes individuelles de la micro structure, (les différents hydrates et le ciment non hydraté).

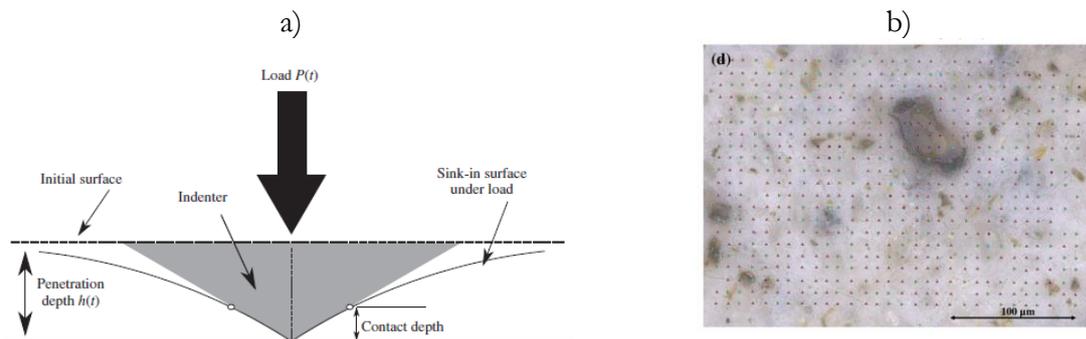


Figure 48 Pénétration d'une aiguille d'indentation dans le matériau étudié a) (Frech-Baronet et al., 2017) et réalisation d'une grille d'indentation b) (Wilson et al., 2018)

En ce qui concerne le traitement des mesures d'indentation, cette méthode est à la base une technique de mesure de la dureté mais qui a été développée pour mesurer les paramètres élastiques des matériaux (Igarashi et al., 1996; Oliver and Pharr, 1992). La méthode de traitement des mesures ponctuelles de micro-indentation utilisée dans la présente étude est celle développée par Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992).

Une mesure classique d'indentation est composée de trois étapes :

- une partie de chargement où la force augmente à vitesse constante jusqu'à une force fixée ;
- une partie de relaxation où la force maximale est maintenue constante ;
- une partie de décharge à vitesse constante.

La micro-dureté  $H$  est calculée avec la formule :

$$H = P/A_c \quad (3.3)$$

où  $P$  représente la force d'indentation maximale, tandis que  $A_c$  est la surface de contact projetée sur le plan horizontal (Figure 49).

En ce qui concerne le module d'Young  $E$  de la zone indentée, il est calculé à travers la formule :

$$M = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_{in}^2}{E_{in}} \quad (3.4)$$

où  $M$  est le module d'indentation réduit calculé en début de la partie décharge où le comportement du matériau est considéré linéaire élastique (Figure 49),  $\nu$  est le coefficient de Poisson de la zone

indentée ;  $\nu_{in}$  est le coefficient de Poisson de l'indenteur et  $E_{in}$  est le module d'Young de l'indenteur.

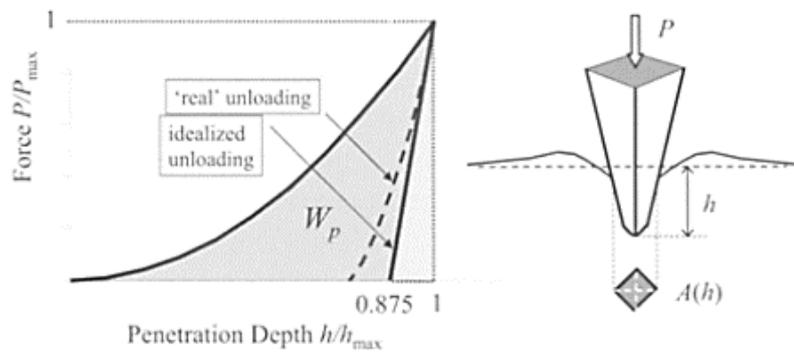


Figure 49 Principe de traitement d'une mesure ponctuelle d'indentation pour la mesure du module d'élasticité et de la dureté (Constantinides et al., 2003)

Les incertitudes dans le calcul du module d'Young par cette formule sont associées à la valeur du coefficient de Poisson  $\nu$  et à la rugosité de la surface indentée. Dans les calculs réalisés dans la présente étude par cette formule, la valeur de  $\nu$  a été considérée fixe, égale à 0,3 pour tous les points d'indentation. Cependant, dans le domaine de variation probable de  $\nu$ , l'incertitude générée par ce choix arbitraire sur la valeur de  $E$  est insignifiante. En ce qui concerne l'influence de la rugosité, elle a été minimisée par le polissage.

L'influence de la rugosité a été évaluée avant les essais proprement dits, afin de vérifier la faisabilité de l'analyse. Cette vérification a été réalisée indirectement, à travers une adaptation de l'indentation classique – Quasi Continuous Stiffness Method (QSCM), réalisée en collaboration avec l'entreprise Zwick Roell. La QSCM permet de mesurer le module d'indentation pendant la séquence charge/relaxation/décharge grâce à des oscillations sinusoïdales instantanées (Figure 50 a). Suite à la réalisation d'une grille d'indentation de 30 indents, avec une force maximale de 100 mN, l'influence de la profondeur d'indentation sur le module d'indentation  $M$  a pu être évaluée.

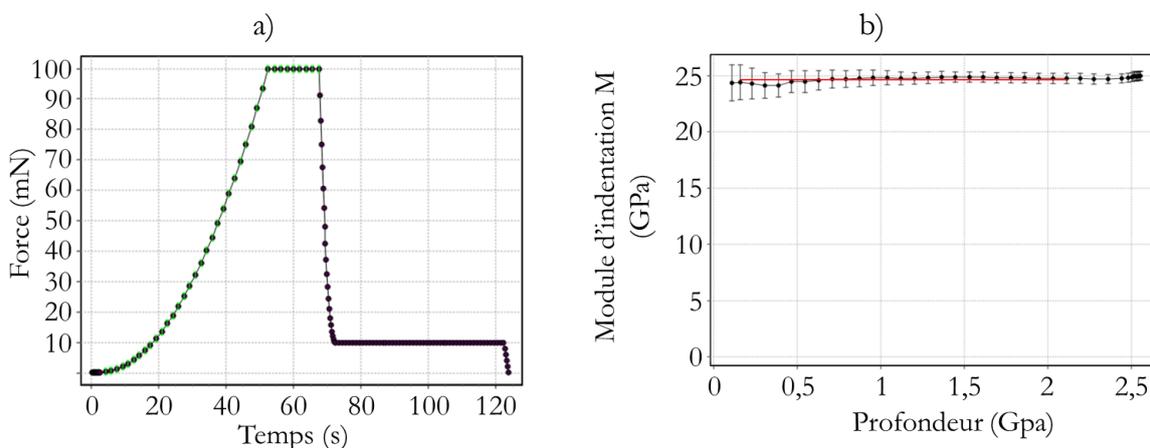


Figure 50 Résultats de l'indentation par technique QSCM. Représentation des points de mesure durant la séquence charge/relaxation/décharge. Influence de la profondeur d'indentation sur le module d'indentation mesuré.

En observant les valeurs mesurées du  $M$ , elles sont considérées stables par rapport à la profondeur d'indentation, tandis que leur dispersion sont assez limitées (Figure 50 b). Par conséquent, l'influence des facteurs externes sur la mesure est interprétée comme réduite. Afin d'explicitier cette affirmation, on mentionne que la zone indentée a été ciblée afin d'être caractéristique pour la matrice de C-S-H, et éviter les autres inclusions. De plus, la stabilité des valeurs mesurées, ainsi que leur dispersion assez réduite indiquent une planéité satisfaisante. En effet, dans le cas contraire d'une rugosité élevée, la variabilité de ce paramètre amène aussi une dispersion accidentelle considérable. Par conséquent, tenant compte aussi du fait que les profondeurs d'indentations envisagées pour la micro-indentation étaient plus grandes, on a considéré la planéité de la surface satisfaisante.

Suita à la validation de l'état de planéité de la surface, les paramètres de l'essai ont pu être fixés. Parmi ces paramètres, on cite notamment la force d'indentation et l'espacement entre indents. Cette force maximale imposée conditionne la profondeur maximale d'indentation. La force d'indentation a été choisie pour garantir des profondeurs d'indentation suffisamment grandes, permettant d'accéder au module d'Young homogène de la microstructure de la pâte. Dans ce sens, il a été reporté dans la littérature que, pour des profondeurs d'indentation supérieures à un certain seuil, le module d'Young homogène de la pâte peut être obtenu (Igarashi et al., 1996; Jennings et al., 2007; Keinde et al., 2013; Wilson et al., 2018). Pour tous les indents, dans les zones saine et dégradée, la force maximale de 5 N a été choisie pour assurer une profondeur suffisante dans la zone saine, nécessaire pour générer une zone d'influence suffisamment grande pour permettre l'accès au module d'Young homogène. Cela a permis d'étudier l'évolution du module d'Young de la pâte de ciment dans les zones dégradée et saine (Figure 51).

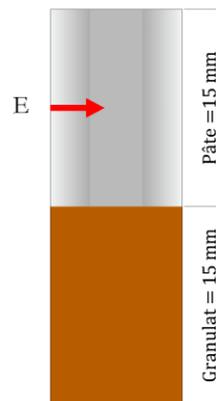


Figure 51 Sens du gradient du Module d'Young étudié par micro indentation

Donc, afin d'accéder au module d'Young la zone saine et dégradée de la pâte, des grilles d'indentation ont été réalisées.(Figure 52). Ces grilles d'indentation, dans la zone dégradée ont une taille de  $23 * 5$  indents. Les espacements entre indents ont été choisis de 0,6 mm en direction parallèle au front de dégradation et de 0,5 mm dans la direction de dégradation afin d'assurer un nombre suffisant de mesures pour une analyse statistique, mais aussi pour éviter le chevauchement des indents et cela, tenant compte que le rayon de la zone d'influence est d'environ  $4D$ , où  $D$  est la profondeur maximale d'indentation. Ainsi, pour des profondeurs maximales d'environ  $45 \mu\text{m}$  observées dans la zone dégradée, l'espacement entre indents de  $500 \mu\text{m}$  est suffisant, car supérieur aux rayons cumulés des deux zones d'influence voisines ( $8 * 45 = 360 \mu\text{m} < 500 \mu\text{m}$ ). Hormis les grilles d'indentation réalisées dans les zones dégradées, à l'intérieur de la zone saine, une autre ligne de 23 indents a été réalisée afin de servir de référence.

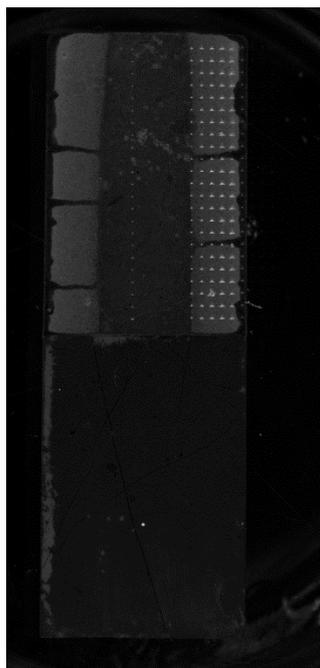


Figure 52 Grille de micro indentation dans la zone dégradée

Concernant l'ITZ, on mentionne qu'une étude à ce niveau peut fournir des informations utiles dans le contexte d'une étude du comportement mécanique de la liaison pâte/granat. Pourtant, l'accès aux propriétés mécaniques de cette zone implique des incertitudes importantes, qui sont en relation avec sa taille réduite. Ces incertitudes sont amplifiées par des difficultés liées à la préparation des échantillons, qui proviennent de la nature composite de l'interface. Une des sources de ces difficultés sont générées par l'endommagement de l'ITZ suite au retrait de séchage qui survient dans la préparation. Une autre est d'obtenir un degré de planéité de la surface suffisamment grand dans la proximité du granulat.

Afin de surmonter ces difficultés, des solutions sont en cours d'essai, tenant compte que des études des propriétés mécaniques à l'interface ont été fait dans la littérature. Pourtant, ces études sont faites sur des fragments de béton (Hilloulin et al., 2018; Wang et al., 2009; Xiao et al., 2013; Xu et al., 2017). Une étude à l'interface d'un composite dégradée, avec une interface plane, présente plus de contraintes. L'ITZ fragilisée suite à la décalcification est endommagée de manière supplémentaire par le retrait de dessiccation qui survient dans la préparation. L'ampleur de ces phénomènes n'a pas encore été déterminée. La détermination des propriétés mécaniques dans cette zone nécessite donc la prise en compte de ces phénomènes. Des solutions à ces problèmes n'ayant pas abouti pendant cette étude, l'indentation a été réalisée seulement au niveau de la pâte.

Donc, à travers ces grilles d'indentation réalisée dans la pâte, l'effet de la dissolution chimique sur le module d'Young peut être observé. Cette observation peut être utile aussi dans l'interprétation de l'effet de la dégradation sur le module d'Young à une échelle supérieure, celle locale. A cette échelle, le module d'Young est obtenu par des essais mécaniques de traction.

### 3.6. Essais mécaniques à l'échelle locale

Les propriétés mécaniques du béton sain ou dégradé par lixiviation sont limitées par les caractéristiques des liaisons qui se forment entre matrice (pâte) et les granulats. Le comportement spécifique de la liaison pâte/granulat est lié à des particularités de la microstructure de l'ITZ qui la différencie du cœur de la pâte de ciment.

C'est dans ce contexte, que dans la présente étude, le comportement mécanique du béton à l'échelle locale de la liaison pâte/granulat est étudié sur des échantillons composites pâte/granulat, en prenant comme référence des échantillons de pâte. Sur ces deux types d'échantillons, les propriétés mécaniques sont obtenues à l'aide des essais mécaniques en traction et en cisaillement, dans 3 configurations différentes.

Les essais mécaniques sont suivis par des méthodes d'imagerie, corrélation d'images numériques (CIN) pour mesurer les champs de déplacements et de déformations. Cette technique est utile dans le cadre de cette étude surtout pour accéder aux modules d'élasticité du matériau analysé. A part cela elle présente d'autres avantages grâce à la possibilité de faire des mesures de champs. L'observation de ces champs obtenus par CIN pendant le chargement mécanique permet l'optimisation des dispositifs d'essais.

Donc, ces essais mécaniques sont utilisés pour investiguer les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte ainsi que l'effet qu'elle subit suite à la dégradation chimique. Dans l'analyse de ces essais, l'optimisation des dispositifs et l'utilisation de plusieurs configurations sont de nature à garantir une bonne représentativité des résultats.

#### 3.6.1. Présentation générale du dispositif d'essai

Le dispositif général d'essai comprend l'application d'une charge mécanique, par l'intermédiaire d'une machine d'essai et la détection de la réponse des échantillons en pâte de ciment et composites pâte/granulat par une caméra numérique (Figure 53) qui permettra de déterminer, dans le plan focal d'observation de la caméra, les déplacements et les déformations en utilisant des méthodes de corrélation d'images numériques.

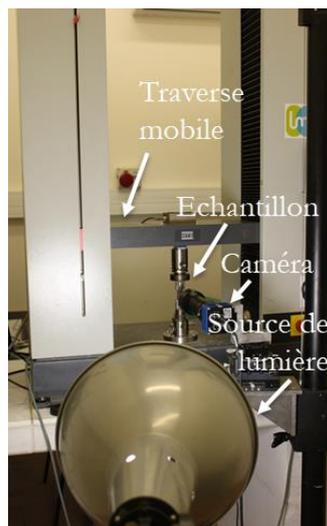


Figure 53 Dispositif général d'essai

En ce qui concerne la machine d'essais, il s'agit d'une presse de traction/compression MTS composée d'une table fixe et d'une traverse mobile avec un seul degré de liberté – la translation

verticale. Afin de réaliser les essais envisagés, le bâti correspondant à chaque type d'essai est connecté à la table fixe et à la traverse mobile, tandis que le chargement souhaité est réalisé suite à la translation de la traverse mobile. Pendant l'essai, la machine permet la mesure de la force appliquée grâce à un capteur associé, mais aussi la mesure du déplacement de la traverse mobile. Ceci permet le pilotage des essais en force ou en déplacement. Dans le cas des essais réalisés dans cette étude, le chargement a été piloté en déplacement, avec une vitesse constante de 10  $\mu\text{m}/\text{seconde}$  imposée à la traverse, choix déjà validé pendant l'étude de Jebli (2016).

Dans le traitement des résultats des essais, la valeur de la force appliquée mesurée par la machine est considérée fiable pour la sollicitation supportée par l'échantillon, car les pertes d'énergie au niveau du bâti d'essai sont négligeables. En revanche, la mesure du déplacement de la traverse n'est pas représentative pour l'échantillon, car elle englobe les déplacements de toutes les composants du bâti d'essai. C'est pour cette raison, en effet, que l'utilisation d'une méthode alternative s'impose pour la mesure des déplacements et des déformations des échantillons.

La méthode choisie pour la mesure des déformations des échantillons est la corrélation d'image numérique (CIN), qui présente l'avantage de permettre l'observation de l'échantillon dans son ensemble pendant la sollicitation. La CIN est une technique développée pour réaliser des mesures des champs de déplacements et déformations, à partir d'images successives du corps observé sur une surface filmée. A l'aide de cette technique, des points définis sur une image de référence sont localisés sur les images déformées pendant la sollicitation grâce à des algorithmes itératifs pour déterminer les déplacements ponctuels. Ainsi est obtenu le champ de déplacements, tandis que le champ de déformations sont obtenus par la dérivation du champ de déplacement. Par convention, le signe des déformations est considéré positif pour l'allongement et négatif pour le raccourcissement.

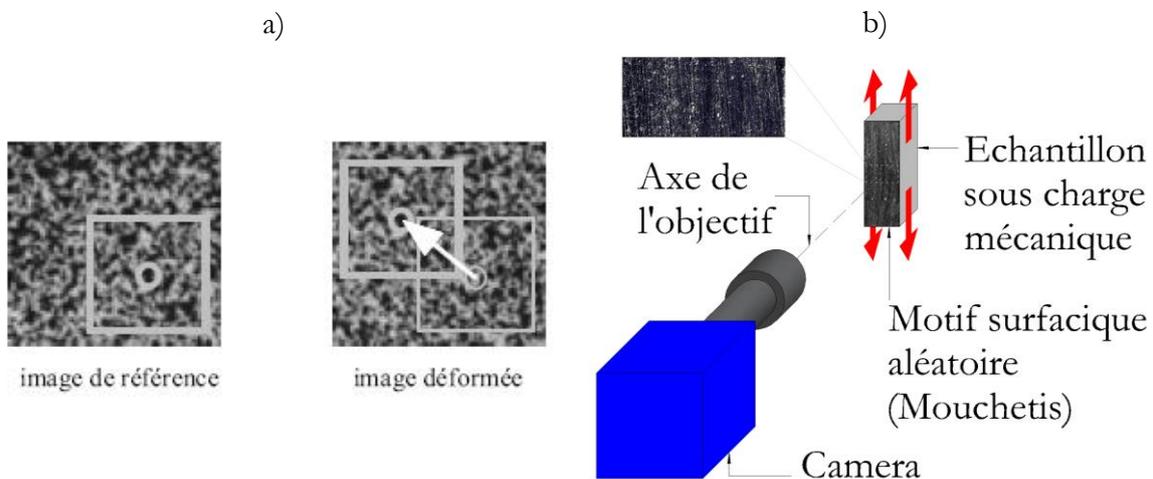


Figure 54 Principe de l'utilisation de la corrélation d'image. Localisation d'une zone de corrélation à l'intérieur d'une zone de recherche (Hild, 2004) (a) ; Exemple d'observation par CIN sur une face mouchetée d'un échantillon sollicité en traction (b)

Afin de permettre la mesure des déplacements ponctuels, les points recherchés sont définis dans l'image de référence par les niveaux de gris des pixels situés dans une zone de corrélation centrée autour du point concerné. Ensuite, la position de cette zone de corrélation est localisée sur les images du corps déformé, à l'intérieur d'une zone de recherche plus large, suite à des itérations successives (Figure 54 a). Dans ces conditions, afin de pouvoir définir et ensuite distinguer les

zones de corrélation dans les images successives, il est nécessaire d'avoir une répartition dispersée et variée des niveaux de gris ponctuels sur la surface observée. En l'absence d'une telle surface naturellement hétérogène, l'application d'un mouchetis sur la surface observée par CIN est nécessaire. Pour la présente étude, ce genre de mouchetis a été obtenu suite à l'application des taches claires sur un fond foncé (Figure 54 b). Suite à l'application du mouchetis, la mesure des déplacements et déformations a été réalisée à l'aide du logiciel Trait Cine NRJ développé au LMGC qui fonctionne suivant des principes évoqués par Wattrisse et al. (2001).

En ce qui concerne la façon d'employer la CIN, deux possibilités se distinguent en fonction des informations recherchées : soit favoriser la cadence d'enregistrement, soit favoriser la résolution des champs mesurés.

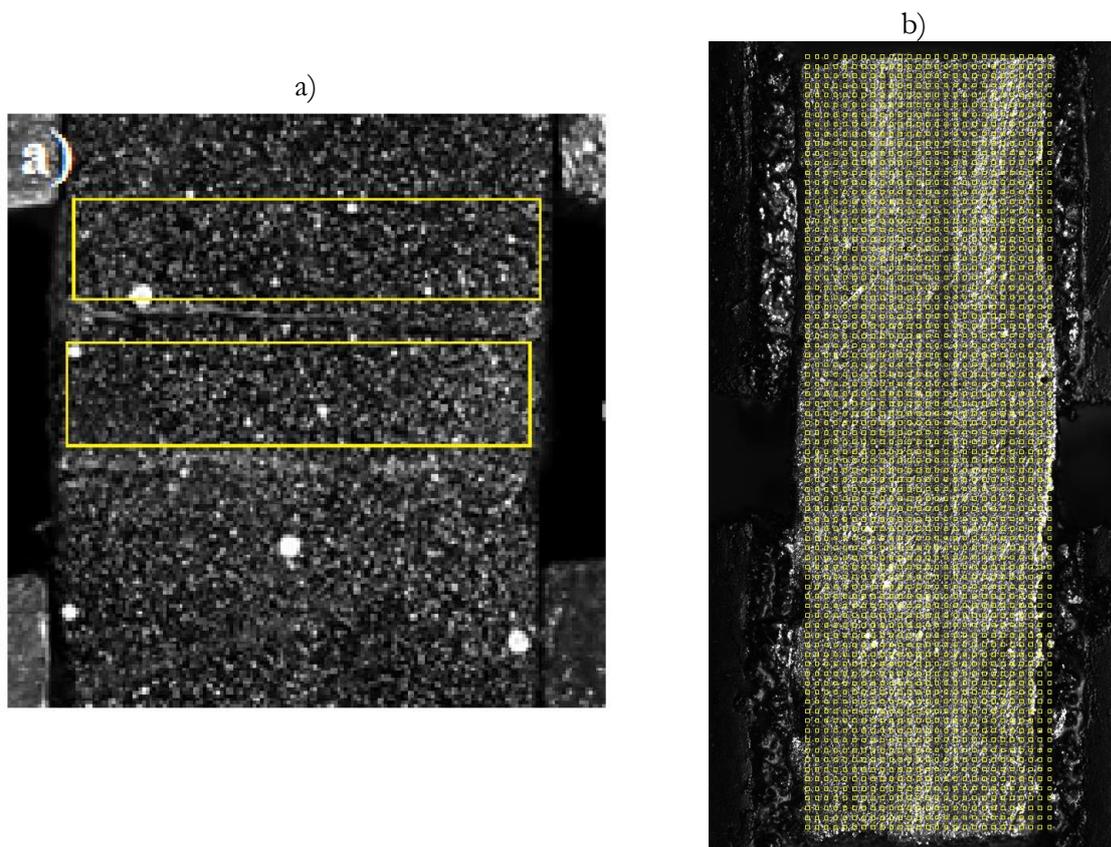


Figure 55 Zones de calcul des déplacements et déformations par CIN à l'aide d'une caméra rapide (Jebli, 2016) (a) et à l'aide d'une caméra haute résolution (b)

La première possibilité, celle de favoriser la cadence d'enregistrement, est obtenue par l'utilisation d'une caméra rapide pour enregistrer le mouvement de l'échantillon pendant la sollicitation. L'avantage de cette solution est de pouvoir observer l'échantillon tout au long de l'essai, y compris pendant la rupture, grâce à des fréquences d'enregistrement qui peuvent varier entre 10 000 et 40 000 images par seconde. Cette méthode a été utilisée par Jebli (2016) pour les mêmes types d'essai mécaniques réalisés dans la présente étude, de traction et de cisaillement directs. En utilisant cette méthode, les déformations associées aux forces mesurées par la machine ont été calculées par une procédure analogue à une mesure de type extensomètre, entre deux éléments surfaciques situés dans la zone d'intérêt (Figure 55 a). Les ruptures observées à l'aide de cette méthode se sont avérées fragiles, avec une dissipation brusque de l'énergie.

Donc, l'utilisation d'une caméra rapide s'est avérée utile dans un premier temps pour observer la rupture des échantillons. Dans la présente étude, le même genre de rupture a été observé sur les

échantillons analysés. De ce fait, en considérant le comportement à la rupture de ces échantillons connus, on a été décidé d'élargir les champs d'observation des échantillons, en augmentant la résolution surfacique des champs calculés.

Cela a été possible suite à l'utilisation d'une caméra haute résolution, avec une résolution maximale de 16 MPx, ce qui correspond à  $7,7 \times 7,7 \mu\text{m}^2/\text{px}$ , mais dont la cadence d'enregistrement était beaucoup plus faible, 4-5 images/seconde. En utilisant cette méthode, des champs de déplacements et déformations ont pu être calculés avec une meilleure définition sur la surface des échantillons observés, en augmentant le nombre des mesures ponctuelles réalisées (Figure 56 b).

Cependant, du fait de la grande résolution des images, l'utilisation de ce type de caméra a demandé plus de rigueur dans la réalisation du mouchetis. Un mouchetis qui assure une disposition dispersée et variée des niveaux de gris sur la surface observée se traduit par une diminution de la taille des taches, mais qui couvrent aussi une palette large de niveaux de gris. Par conséquent, la technique de réalisation du mouchetis a été adaptée à ces exigences en diminuant la taille des taches blanches de peinture appliquées et en appliquant des paillettes brillantes.

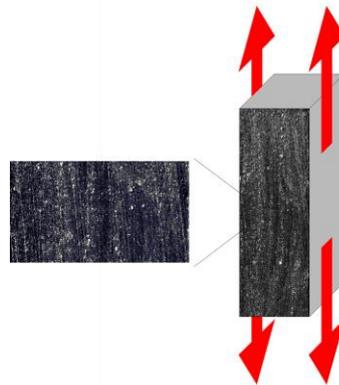


Figure 56 Exemple de mouchetis appliqué sur la surface d'un échantillon sollicité en traction

En résumé, un dispositif d'essai a été mis en œuvre afin d'observer le comportement mécanique des échantillons en pâte de ciment et composites pâte/granulat pour différents types d'essais. Ce dispositif général permet la mesure de la force exercée sur des échantillons soumis à des sollicitations mécaniques, ainsi que la mesure de leurs champs de déplacements et déformations. Des différents types d'essais peuvent être obtenus en adaptant le bâti connecté à la machine d'essai, par l'intermédiaire duquel la sollicitation mécanique envisagée est réalisée.

Les différents types d'essais mécaniques réalisés sur les matériaux cimentaires sont employés pour caractériser leur comportement du domaine élastique jusqu'à la rupture. Bien que ce genre de matériaux soit le plus souvent employé pour leur résistance à la compression, le comportement mécanique général est influencé par la manière dont le matériau résiste à des ruptures locales. Ces ruptures locales, apparaissent et se propagent dans différentes modes de fissuration, suite à des sollicitations de traction (mode I), cisaillement (mode II) et torsion (mode III).

De ce fait, les types d'essais employés dans cette étude tendent à reproduire ce genre de sollicitations, afin d'explorer la capacité des matériaux à y résister. Dans le traitement de ces essais, il a été choisi de se concentrer sur le comportement des matériaux jusqu'au pic de sollicitation, favorisé par l'utilisation d'une caméra haute résolution. Il convient de signaler qu'une étude de la

propagation de la fissuration est nécessaire, mais celle-ci demande une instrumentation plus complexe et pourra être abordée dans des études ultérieures.

### 3.6.2. Essai de traction

Dans la recherche, l'observation des matériaux cimentaires sous charge s'est concrétisée dans la déduction des critères de rupture qui reflètent leur capacité de résister aux sollicitations mécaniques. Les critères de rupture applicables au béton, de type Drucker-Prager ou Mohr-Coulomb indiquent que ces matériaux sont plus vulnérables à des sollicitations de traction. Leur résistance à la traction est limitée par la présence des liaisons pâte granulat, qui sont fragilisées par l'existence des ITZ et qui favorisent l'initiation de la rupture.

De ce fait, il a été choisi de favoriser en premier lieu l'étude du comportement mécanique de la liaison pâte/granulat et celui de la pâte sur ce type de sollicitation, qui est la plus agressive pour le matériau. Par conséquent, le premier type d'essai abordé a été celui de la traction directe. Ce type d'essai mécanique a été réalisé sur des échantillons en pâte, ainsi que sur des composites coulés verticalement et horizontalement.

En utilisant le dispositif général d'essai présenté dans le paragraphe 3.6.1, les essais de traction ont été réalisés suivant un schéma de chargement implémenté par Jebli (2016). Suivant ce schéma de chargement, l'application de la charge aux éprouvettes se fait par l'intermédiaire de plaques métalliques collées sur les faces latérales des échantillons (Figure 57).

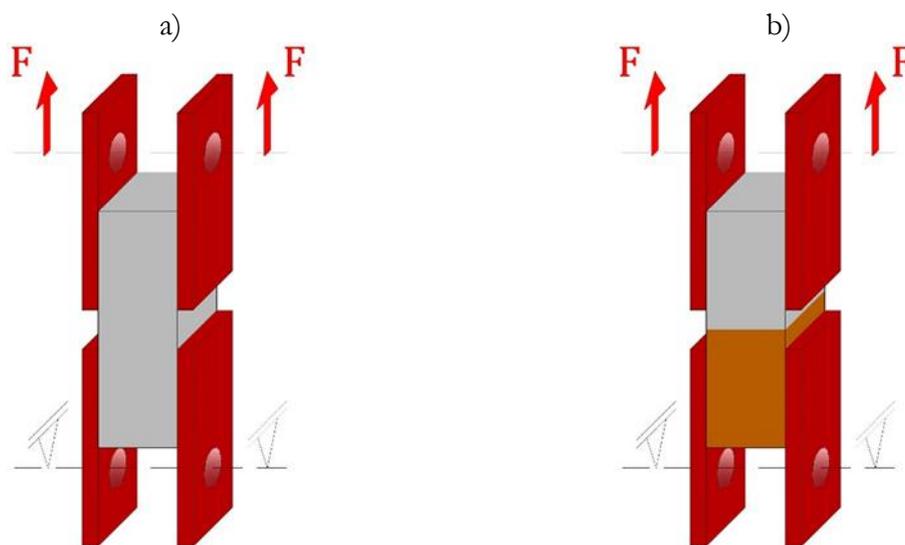


Figure 57 Schéma statique de l'essai de traction directe sur des échantillons en pâte de ciment a) et composites pâte de ciment / granulat b)

Le calcul des champs de déplacement et déformation a été réalisé sur la face de l'échantillon qui a été filmée au cours de la déformation (Figure 58). Le calcul des déformations moyennes a été réalisé pour construire les courbes contrainte/déformation dans la zone médiane de l'échantillon (Figure 58) afin d'éviter les conditions aux limites particulières aux niveaux des plaques. Le pas de maillage choisi pour le calcul de déformation est de 50 pixels – 350  $\mu\text{m}$ .

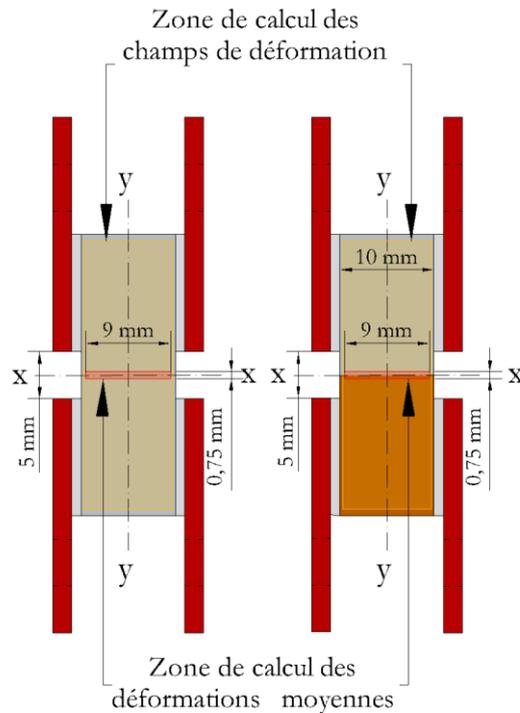


Figure 58 Vue de face de la zone d'intérêt pour la corrélation d'image des échantillons

Les champs de déplacement ont été étudiés notamment pour détecter l'apparition de la fissuration, qui a été remarquée sur les échantillons dégradés. Sur les champs de déplacement, les fissures sont visibles sur l'image en tant que zones de discontinuité (Figure 59).

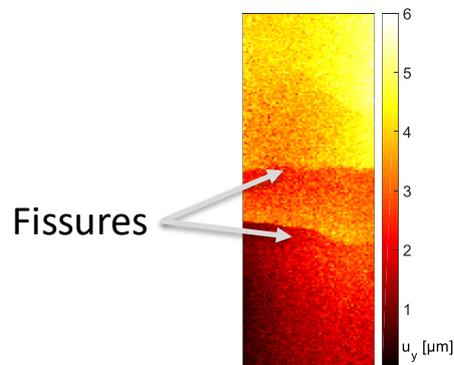


Figure 59 Fissuration d'un échantillon en pâte de ciment

### 3.6.2.1. Mise en forme du dispositif d'essai

Les essais de traction sur béton sont souvent entachés d'une forte dispersion des résultats, notamment en termes de contrainte à la rupture. De manière générale, la grande dispersion des forces à la rupture est partiellement liée à une excentricité du chargement inhérente (Zhou, 1988).

Dans le cas du dispositif de chargement de base utilisé dans cette étude, il a été mis en évidence qu'un léger défaut de parallélisme des axes de chargement des plaques de fixation ( $x_1x_1$  et  $x_2x_2$ ) peut générer un chargement non uniforme de l'échantillon (Lhonneur et al., 2019). Ainsi, en raison de l'hyperstaticité du dispositif, une forte excentricité de chargement peut se produire suite au chargement de seulement trois plaques au lieu de quatre (Figure 60), modifiant ainsi les conditions aux limites. Par conséquent, la rupture intervient dans ce cas de façon dispersée et à un niveau plus bas par rapport à la situation envisagée, suite au couplage accidentel entre la traction et la flexion.

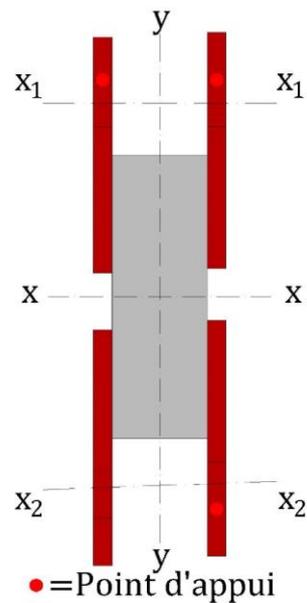


Figure 60 Points d'appui lors d'un essai sur un échantillon avec défaut géométrique de collage

En conséquence, une quantité importante des essais non représentatifs pour la mesure des contraintes à la rupture réelles doivent être écartés dans l'analyse des résultats (L'honneur et al., 2019). Donc, des mesures sont nécessaires afin d'améliorer l'uniformité des conditions de chargement et diminuer ainsi la dispersion artificielle des résultats. Pour ce faire, la stratégie a été d'uniformiser les conditions aux limites imposées au chargement, en limitant à la fois les défauts géométriques de collage et en réduisant leur influence sur l'orientation du chargement.

La solution adoptée pour limiter les défauts géométriques est représentée par l'utilisation des montages de collage destinés à assurer un positionnement satisfaisant des plaques. Deux types de montages ont été essayés : d'une part, un montage à base d'une plaque percée et une équerre et d'autre part, un montage formé par deux demi-boîtes rigides guidées.

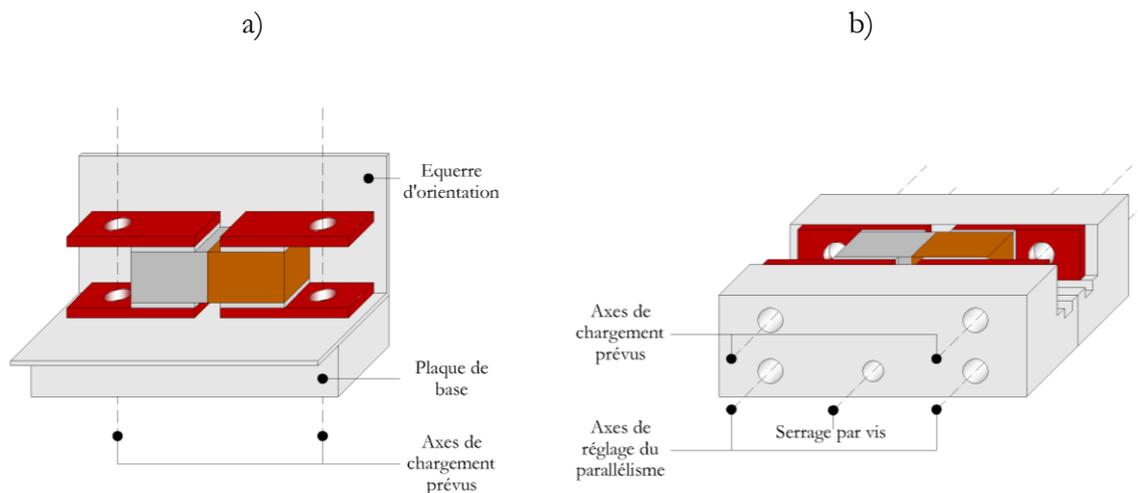


Figure 61 Montage de collage à base d'une équerre a) et à base de deux demi-boîtes guidées b)

Le premier montage était composé d'une plaque percée et une équerre avec trous oblongs pour positionner l'échantillon. L'espace des plaques de chargement était réglé par des axes de

réglage, tandis que le parallélisme dans le plan longitudinal était réglé à l'aide du dossier de l'équerre (Figure 61 a). Cependant, ce montage avait le défaut de laisser les axes de positionnement en porte à faux et n'a pas assuré un parallélisme satisfaisant des axes de chargement.

Le deuxième montage de collage était composé de deux demi-boîtes rigides et guidées (Figure 61 b). Les deux axes de réglage du parallélisme situés dans la partie inférieure étaient destinés à permettre seulement la translation relative des demi-boîtes. Les quatre plaques de fixation étaient ensuite positionnées à l'intérieur du bâti avec les deux mors écartés. L'ensemble était ensuite serré par l'intermédiaire de la vis inférieure. Ce montage a permis de régler de manière satisfaisante le parallélisme des plaques et des axes de chargement et a été retenu pour la préparation des échantillons en vue des essais.

La précision géométrique du montage réalisé par la méthode présentée est donnée par l'erreur de parallélisme maximale au niveau des axes de chargement. Cette précision a été obtenue en réduisant au maximum les jeux entre les axes de positionnement et leurs trous. Elle est exprimée par l'écartement maximal entre une ligne imaginaire qui relie les centres des trous de deux plaques situées face à face et une ligne horizontale qui passe par le centre du premier axe pris comme référence. La valeur ainsi obtenue est égale à 0,1 mm (Figure 62).

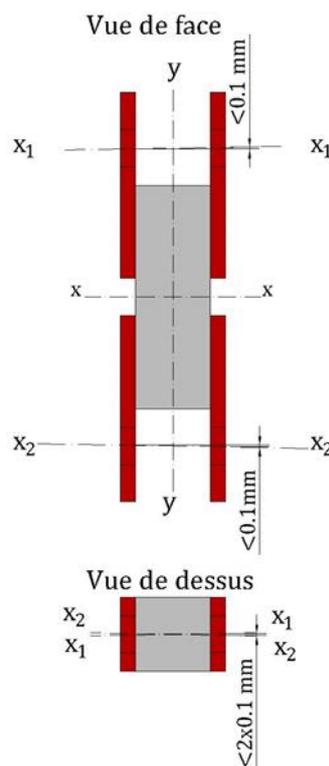


Figure 62 Défauts maximums de parallélisme des axes de chargement

Une fois les défauts géométriques ramenés à une valeur satisfaisante, le dispositif de chargement a été examiné. Le dispositif de chargement initial était composé de deux pièces en forme de U liées rigidement à la machine d'essai et connectées chacune, par l'intermédiaire d'un pivot, aux plaques de chargement de l'échantillon (Figure 64 a). Le problème de ce dispositif de chargement était que l'axe du pivot de chargement ne coïncidait pas avec les axes des plaques de fixation à cause des imperfections géométriques du collage. Le système était alors hyperstatique et nécessitait la libération d'au moins un degré de liberté pour charger toutes les plaques uniformément.

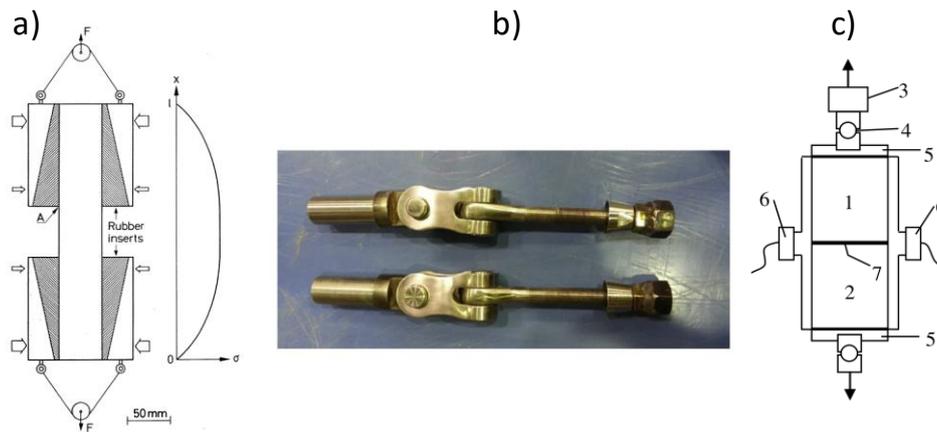


Figure 63 Différents dispositifs utilisés pour résoudre le problème d'excentricité du chargement lors d'un essai de traction sur le béton (Alhussainy et al., 2016; Dong et al., 2016; Petersson, 1981)

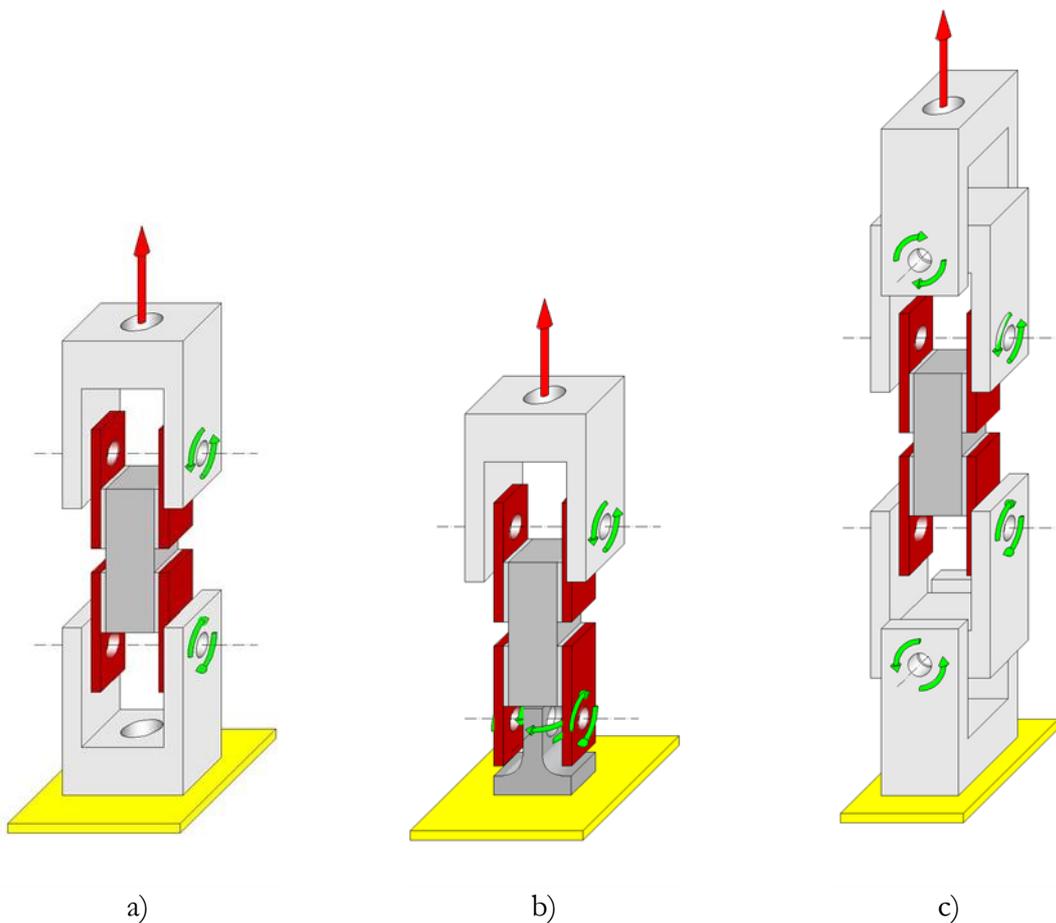


Figure 64 Dispositif de traction : configurations testées pendant l'étude

Pour pallier ce défaut, il était nécessaire d'ajouter un mécanisme afin de permettre un chargement centré. En effet, ce problème de centrage de la charge est connu et a été évoqué dans la littérature comme une difficulté majeure dans la réalisation des essais de traction sur béton (Mier and Vliet, 2002). Plusieurs solutions ont donc été proposées. Un montage avec deux poulies et câbles liés aux plaques de fixation a été utilisée par Petersson (1981) (Figure 63 a). Alhussainy et al. (2016) ont utilisé deux joints universels qui libèrent les rotations (Figure 63 b) tandis que des rotules sphériques ont été employées par Dong et al. (2016) et Ferro (1994) (Figure 63 c)

Dans notre cas, la première solution testée a été représentée par le remplacement d'une pièce en U par une pièce en T qui agirait comme une liaison ponctuelle au milieu de l'axe de chargement inférieur (Figure 64 b). Cette mesure devait permettre à l'échantillon de se mettre en place librement malgré les défauts géométriques existants. En effet, en utilisant ce dispositif de chargement, les forces à la rupture moyennes obtenues étaient supérieures à celles obtenues avec le montage initial à cause d'une diminution du moment parasite à cause des excentricités. En revanche, le manque de maîtrise du positionnement a généré l'apparition des dispersions de l'ordre de 30% pour les forces à la rupture qui ont été considérées non satisfaisantes.

Par conséquent, un autre dispositif de chargement a été conçu et mis en place. Ce dispositif de chargement est bi-articulé dans les parties supérieure et inférieure (Figure 64 c). Cela a été réalisé par le rajout de deux pièces en U percées au montage initial, liées aux pièces U fixes par l'intermédiaire de deux pivots. Ainsi, aux deux bouts de l'échantillon, les rotations sont libérées autour de deux axes orthogonaux perpendiculaires à la direction de chargement.

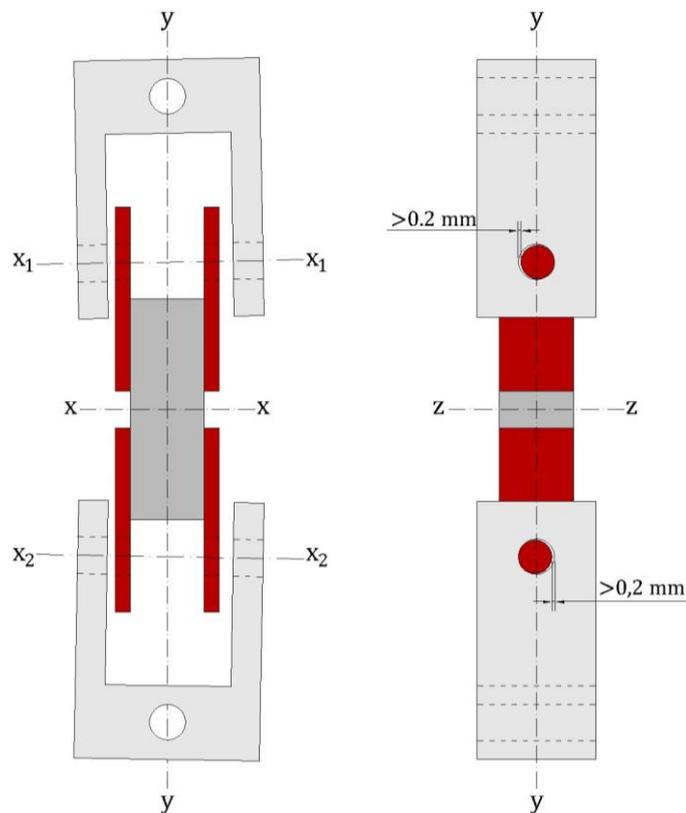


Figure 65 Mise en place de l'échantillon pour le cas des défauts géométriques maximums

Du point de vue géométrique, l'avantage de cette dernière configuration est la possibilité d'obtenir un chargement parallèle à l'axe longitudinale de l'échantillon malgré les défauts géométriques. En effet, le premier pivot permet d'appliquer la charge aux quatre plaques, tandis que le deuxième pivot permet à l'échantillon de s'aligner verticalement. En outre, en laissant un jeu supérieur aux défauts géométriques dans le plan transversal entre les axes de chargement et les trous des pièces U, le positionnement de l'échantillon est libre (Figure 65).

Finalement, cette configuration a permis l'amélioration de l'uniformité du chargement sur la section transversale de l'échantillon, les moments parasites dus à l'excentricité d'application de la charge étant fortement réduits. Par conséquent, ce dispositif de chargement a été retenu pour les essais de traction directe.

Ensuite, afin d'évaluer l'effet de l'utilisation du montage de collage et du dispositif de chargement bi-articulé avec 2 pivots, la distribution statistique des forces à la rupture des échantillons en pâte de ciment a été étudiée (Figure 66). Cela a été réalisé en comparant les résultats obtenus suite à l'utilisation de ces accessoires, avec ceux obtenus sur la configuration initiale.

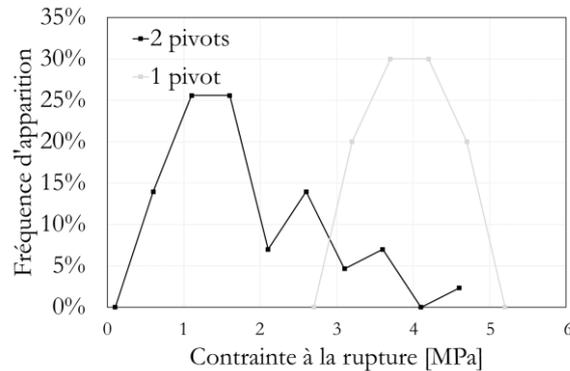


Figure 66 Fréquence d'apparition des forces à la rupture obtenue avec la configuration avec 2 pivots et avec la configuration un pivot

Pour la configuration initiale, avec 1 pivot et sans montage de collage, un lot de 50 échantillons a été étudié. On observe une forte dispersion des contraintes à la rupture avec des densités de fréquences importantes répandues entre 1 MPa et 4 MPa. Pour la deuxième configuration avec montage de collage et deux pivots, un lot de 10 échantillons a été étudié. On remarque une distribution statistique monophasique qui converge vers la moyenne de 3,9 MPa. Cette valeur est rapprochée de celle qui correspond à un autre pic de fréquence secondaire sur la configuration avec 1 pivot et sans montage de collage, pour une valeur de 3,6 MPa. Pourtant, pour cette configuration, seulement 15% des valeurs sont concentrées autour du pic de 3,6 MPa, alors que pour la configuration à double pivot, la totalité des valeurs est située autour de la moyenne de 3,9 MPa. Donc, on peut conclure que l'utilisation du montage de collage et le rajout d'un pivot a eu comme conséquence une amélioration considérable de la répétabilité des forces à la rupture de la pâte.

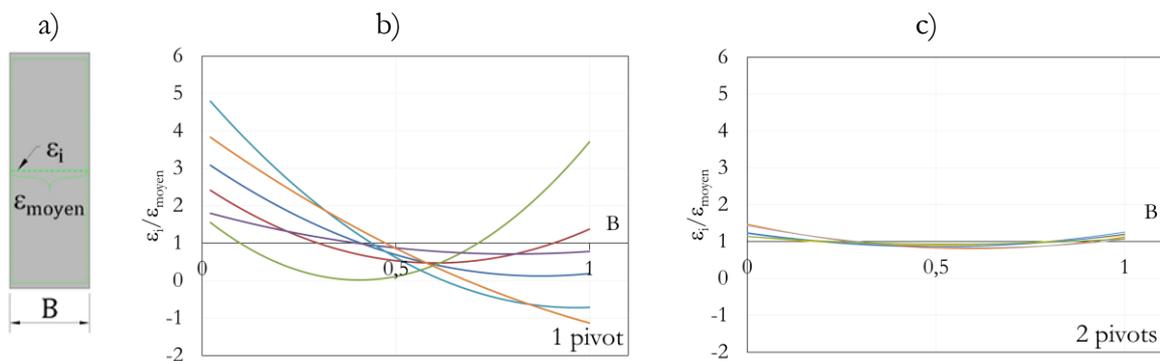


Figure 67 Distribution des déformations ponctuelles sur la médiane d'une face de l'échantillon pour deux configurations. Zone de calcul des déformations (a), distribution des déformations locales pour la configuration avec 1 pivot pour 6 échantillons (b) et distribution des déformations locales pour la configuration avec 2 pivots pour 6 échantillons (c)

Ensuite, l'effet du dispositif de chargement sur l'uniformité de la sollicitation peut être analysé en observant la distribution des déformations locales sur la médiane des faces observées avant la rupture, sur des lots de 6 échantillons (Figure 67 a). On observe qu'en utilisant le dispositif de chargement initial, articulé avec 1 pivot, les distributions des déformations locales sont assez dispersées, comme effet des excentricités de chargement significatives (Figure 67 b). En revanche,

L'utilisation du dispositif de chargement bi-articulé avec 2 pivots a eu comme effet l'uniformisation des distributions des déformations locales, grâce à la réduction des excentricités de chargement (Figure 67).

Par conséquent, on constate que l'utilisation des deux accessoires évoqués, un montage de collage des plaques et un dispositif de chargement bi-articulé, a servi à uniformiser les conditions de chargement des échantillons et à réduire la dispersion artificielle des résultats.

En résumé, une configuration d'essai de traction a été mise en œuvre afin de suivre la force appliquée, la déformation, ainsi que l'apparition de la fissuration des échantillons en pâte de ciment et composites pâte/granulat pendant la sollicitation. Dans ce sens, afin d'assurer une représentativité satisfaisante des résultats obtenus, des accessoires supplémentaires sont utilisés pour uniformiser la sollicitation mécanique durant l'essai.

### 3.6.3. Essai de cisaillement sur des échantillons parallélépipédiques

En plus des essais de traction directe, un autre type d'essai mécanique a été réalisé sur les échantillons parallélépipédiques, le cisaillement direct, afin de reproduire la sollicitation qui génère le deuxième mode de fissuration. La réalisation de ce type d'essais supplémentaires est justifiée par un souhait d'étayer certains résultats issus de l'essai de traction, qui présentent des points communs avec ceux issus de l'essai de cisaillement direct. Il s'agit en effet du calcul des déformations par CIN, et de l'effet de l'ITZ sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat.

Le dispositif de chargement utilisé pour l'essai de cisaillement direct a été conçu pendant la thèse de Jebli (2016). Ce dispositif est composé par deux demi-boîtes liées rigidement à la machine qui sont destinées à maintenir les deux extrémités de l'échantillon (Figure 68). Pendant l'essai, la demi-boîte inférieure reste fixe, tandis que le mouvement de translation de la demi-boîte supérieure génère le cisaillement de l'échantillon.

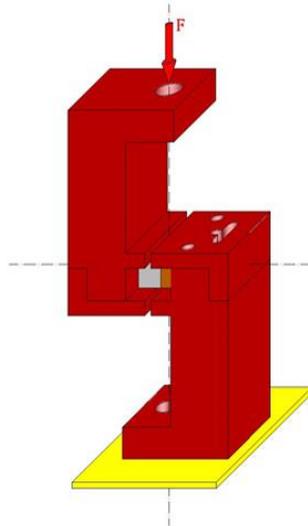


Figure 68 Dispositif de cisaillement

Deux types d'observations ont été faites à l'aide de la CIN : des mesures de champs de déformation et déplacement ainsi que des mesures des déformations moyennes pour la construction des courbes contrainte/déformation. Les zones de calcul pour ces deux types d'observations sont présentées dans la Figure 69.

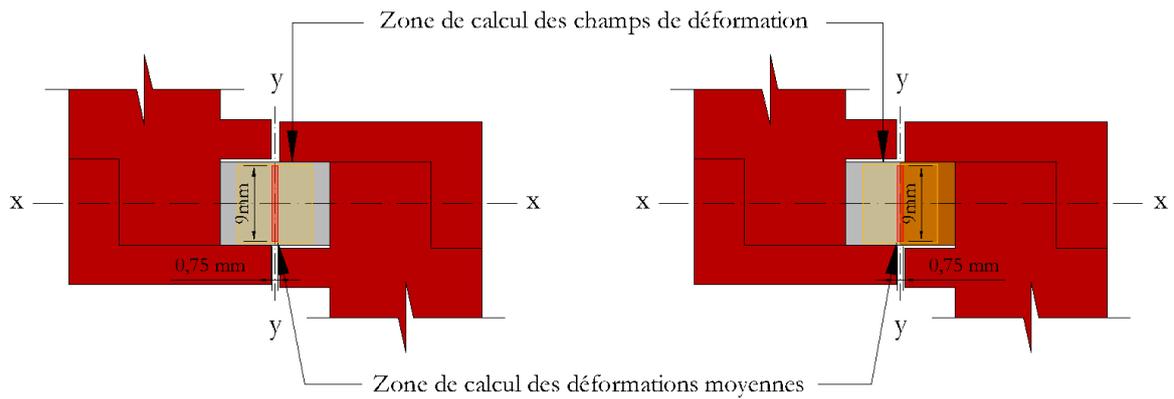


Figure 69 Zones d'intérêt pour le calcul des champs de déformation et des déformations globales sur des échantillons en pâte et composite

Le calcul des déformations moyennes en vue de la construction des courbes contrainte/déformation a été réalisé dans la zone centrale de l'échantillon où le cisaillement est maximum. Le pas de maillage choisi pour le calcul des déplacements et le pas de dérivation utilisé pour le calcul des déformations sont les mêmes que ceux utilisés lors du traitement des essais de traction – 350  $\mu\text{m}$ .

En ce qui concerne les champs de déplacement et déformation, ils ont été calculés sur une zone plus étendue autour de la zone centrale afin d'observer l'état de déformation de l'échantillon dans la zone sollicitée.

Donc, l'essai de cisaillement sert à suivre l'évolution de la sollicitation mécanique et de la déformation des échantillons pendant l'essai. Ce type d'essai a été réalisé pour étendre le champ d'observation des propriétés mécaniques au-delà de la traction et rendre possible la vérification des résultats obtenus suite à différents essais mécaniques.

### 3.6.4. Essai de cisaillement sur des échantillons en forme de Y inversé

Dans la même optique, de vérifier les résultats obtenus par les autres essais mécaniques, un troisième type d'essai a été mis en place. Il s'agit d'un essai mécanique réalisé dans une autre configuration, plus complexe, pour permettre la validation des résultats obtenus dans des cas plus simples, comme la traction directe et cisaillement directe. Ce type d'essai sert à vérifier les valeurs des modules de rigidité obtenues antérieurement, à travers la CIN, suite aux essais de traction et de cisaillement sur des échantillons parallélépipédiques.

Ce type d'essai a été réalisé sur échantillons en pâte de ciment et composites, avec deux interfaces, et dont la sollicitation est appliquée sur la partie supérieure du bloc central, tandis que l'échantillon est appuyé dans la partie inférieure des blocs latéraux. Afin de choisir de la configuration définitive de l'essai, deux configurations préliminaires ont été testées. La première configuration testée était représentée par un échantillon en forme de H (Figure 70 a). Sur cette configuration, une dispersion importante des propriétés mécaniques a été observée, probablement suite à des conditions de chargement particulières au niveau des interfaces entre le bloc central et les blocs latéraux. Donc, afin d'améliorer la répétabilité des résultats obtenus sur ces échantillons, la surface de chargement a été éloignée des interfaces sollicitées en cisaillement. Cela a conduit à l'emploi des échantillons en Y inversé (Figure 70 b), dont l'utilisation s'était avérée efficace dans une étude antérieure (Huon et al., 2007).



Figure 70 Configuration de l'essai sur échantillon en forme de H (a) et de Y inversé (b)

Dans cette configuration, l'état de parallélisme non satisfaisant entre le plan supérieur et le plan inférieur a imposé le rajout d'une rotule afin de distribuer uniformément le chargement sur la surface (Figure 71).

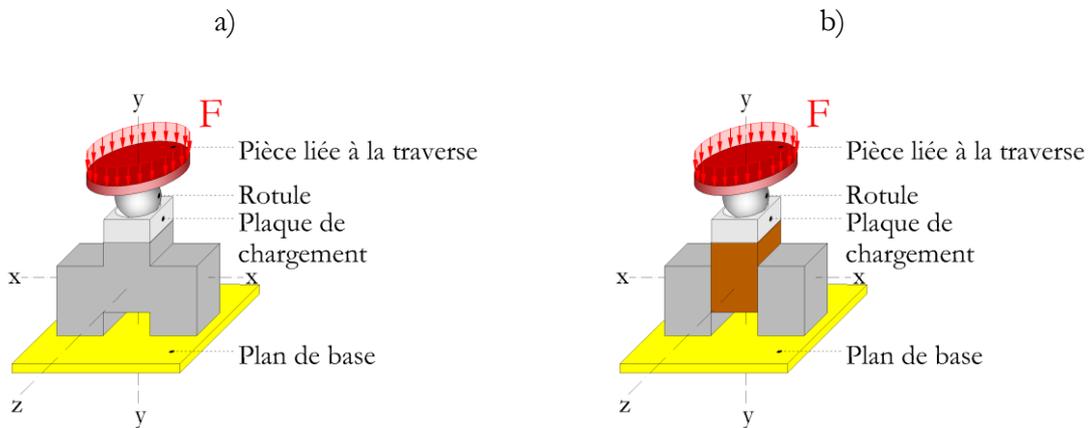


Figure 71 Essai de cisaillement sur échantillon en Y inversé en pâte de ciment a) et composite pâte/granulat/pâte b)

Comme pour les échantillons parallélépipédiques, deux types d'observations ont été réalisés à l'aide de la CIN : des mesures de champs de déplacement et déformation ainsi que des mesures des déformations moyennes pour la réalisation des courbes contrainte/déformation. Les zones d'intérêt pour le calcul des déformations dans les deux cas sont présentées dans la Figure 72.

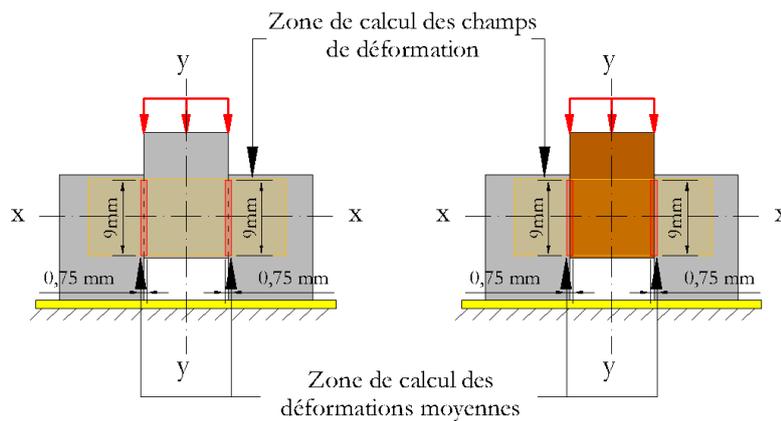


Figure 72 Zones d'intérêt pour le calcul des champs de déformation et des déplacements globales

Donc, cet essai est réalisé pour permettre des comparaisons avec les résultats des deux autres types d'essais – de traction et de cisaillement directe, grâce à la réalisation des mêmes types d'observations. En effet, les valeurs des modules de rigidité élastique obtenues par ces types d'essai différents peuvent être comparées pour vérifier la méthode de mesure des déformations.

### 3.7. Conclusion

Le comportement mécanique du béton sain ou dégradé par lixiviation est influencé par l'existence de l'ITZ qui affecte les propriétés de la liaison pâte/granulat. Cependant, l'ampleur de cette influence est difficile à estimer à cause de la difficulté d'isoler les liaisons/pâte granulat pour étudier leurs propriétés. Pourtant, une connaissance plus approfondie des propriétés mécaniques de ces liaisons s'avère nécessaire pour apprécier le comportement mécanique du béton à long terme. Dans ces conditions, un protocole expérimental a été développé pour analyser l'influence de la dégradation sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et sur celles de la pâte.

Afin d'évaluer le comportement mécanique du béton dégradé à l'échelle locale de la liaison pâte/granulat, l'analyse de la dégradation chimique est nécessaire au préalable. De ce fait, plusieurs aspects connexes ont été abordés afin de rendre possibles et représentatives les observations conduites. Il s'agit globalement de préparer et conditionner des échantillons avec des configurations adaptées pour permettre des analyses à l'échelle de la microstructure et des essais mécaniques à l'échelle locale. Les analyses à l'échelle de la microstructure sont destinées à déterminer la cinétique de dégradation et évaluer l'état de dissolution chimique ainsi que son effet sur les propriétés mécaniques. En ce qui concerne les essais mécaniques, ils sont réalisés pour analyser les rigidités et les résistances de la liaison pâte/granulat et de la pâte. Une adaptation des dispositifs d'essais à l'échelle locale a été réalisée pour étendre le champ d'observation et augmenter la représentativité des résultats. L'approche de tous ces aspects cumulés, dont les protocoles individuels ont été adaptés pendant ce travail, en passant par plusieurs versions intermédiaires, ont demandé une part importante du volume de travail total.

Les échantillons utilisés pour les analyses envisagées sont de forme parallélépipédique et en forme de Y inversé, en pâte de ciment et composites pâte/granulat. Dans la zone d'intérêt, leurs sections transversales sont des carrés de 10x10 mm<sup>2</sup>, permettant à ce niveau le calcul de l'avancement de la dégradation chimique et de l'état de contrainte sous sollicitation mécanique. Ces échantillons ont été fabriqués dans des moules souples en silicone afin de faciliter le coulage et le démoulage, mais également pour minimiser l'interférence de la méthode de fabrication avec la mesure des propriétés des échantillons. Ces arguments ont rendu cette modalité de fabrication préférable aux variantes classiques basées sur l'utilisation des moules rigides. Après fabrication, les échantillons ont été préservés dans un bain d'eau et de chaux pendant 40 jours, afin de permettre une hydratation optimale et prévenir la fissuration. Après la période d'hydratation, un certain nombre d'échantillons ont été soumis individuellement à la dégradation unidirectionnelle accélérée, dans une solution de nitrate d'ammonium. Le choix de cette méthode de lixiviation est justifié par la vitesse de dégradation élevée et par la nature du scénario de dégradation généré qui est similaire au scénario d'origine.

La dégradation chimique des échantillons est analysée par des observations à l'échelle de la microstructure pour rendre possible aussi l'analyse de l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques. Le principal point d'intérêt de ces observations à l'échelle de la microstructure est représenté par la cinétique de dégradation, définie par l'évolution de l'épaisseur dégradée en fonction du temps, déterminée à partir de l'analyse d'images des sections transversales. L'emploi de l'analyse d'images pour la mesure de l'épaisseur dégradée est facilité par le contraste entre le niveau de gris de la zone dégradée et celui de la zone saine. Par la suite, les valeurs de l'épaisseur dégradée obtenues par analyse d'images sont vérifiées grâce à la comparaison avec des résultats d'une analyse chimique par EDS, conduite en environnement MEB, qui donne accès aux concentrations chimiques ponctuelles. L'accès à l'évolution spatiale des concentrations chimiques

ponctuelles au niveau de l'ITZ et de la pâte offre ainsi la possibilité d'évaluer leurs états de dissolution. Ces analyses chimiques par EDS sont réalisées seulement pour une durée de dégradation, à cause du temps assez long accordé à la réalisation du polissage nécessaire pour optimiser la mesure des concentrations chimiques. Ce même polissage a été nécessaire aussi pour réaliser des observations de micro indentation qui ont été conduites sur les mêmes échantillons que ceux analysés par EDS. La micro indentation est employée pour déterminer l'évolution du module d'Young à l'échelle de la microstructure dans les zones dégradée et saine de la pâte. L'emploi de cette méthode est justifié d'une part par la possibilité d'évaluer l'effet de la dégradation chimique sur une propriété mécanique à l'échelle de la microstructure. D'autre part, elle permet une comparaison avec les valeurs du module d'Young obtenues par des essais mécaniques à l'échelle locale.

Ces essais mécaniques à l'échelle locale ont été réalisés dans trois configurations différentes et couplés avec des observations par Corrélation d'Images Numériques (CIN) pour le calcul des champs de déplacements et de déformations. Les images numériques sont enregistrées à l'aide d'une caméra haute résolution, avec pour objectif d'obtenir une précision satisfaisante sur le calcul des champs de déplacements et de déformations locaux et globaux par CIN.

Concernant les essais mécaniques, le principal type d'essai employé est celui de traction directe, qui est réalisé sur des échantillons parallélépipédiques en pâte de ciment et composites. Le principe de l'essai consiste à appliquer la charge de traction à 4 plaques collées sur 2 faces opposées de l'échantillon, qui sont perpendiculaires à celle observée par CIN. Une attention particulière a été accordée à cet essai de traction, dans l'objectif d'améliorer et uniformiser les conditions expérimentales de chargement. La stratégie adoptée a été celle de contrôler les conditions aux limites imposées aux échantillons grâce à la réalisation d'un montage de collage des plaques de chargement et à l'emploi d'un dispositif de chargement bi-articulé. Les versions finales de ces deux outils ont été choisies parmi plusieurs versions préliminaires. Le montage du collage a été conçu afin de minimiser les défauts géométriques et garantir un parallélisme satisfaisant des axes de chargement. Par la suite, la bi-articulation du dispositif de chargement a contribué à uniformiser la répartition de la charge aux plaques de chargement, en minimisant l'effet des défauts géométriques du collage. Ces deux mesures ont permis ainsi une amélioration importante de la répétabilité des résultats.

Les deux autres types d'essais, de cisaillement direct et cisaillement sur échantillons en forme de Y inversé, ont été réalisés afin d'élargir le champ d'observation et vérifier les résultats issus des essais de traction. Ces résultats concernent l'effet de l'ITZ sur le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat, ainsi que la mesure des déformations par CIN. En ce qui concerne l'essai de cisaillement direct, le dispositif de chargement est celui conçu et utilisé pendant la thèse de Jebli, (2016), dont le cisaillement est obtenu entre deux boîtes rigides suite à la translation d'une d'entre elles. En ce qui concerne les échantillons en forme de Y inversé, le dispositif de chargement a été conçu afin d'assurer une uniformité satisfaisante des charges réparties aux deux interfaces, situées à droite et à gauche du bloc central.

En faisant un bilan des aspects présentés, ce protocole expérimental a une vocation de base, celle de permettre l'évaluation de l'effet de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale. Cependant, dans le contexte d'un scénario expérimental inédit, la nécessité d'approfondir et perfectionner les techniques expérimentales utilisées a généré une vocation secondaire. Il s'agit d'un effort d'adaptation et d'optimisation de la méthodologie expérimentale, nécessaire dans le contexte plus large du programme de recherche en place au LMGC. Ce

programme de recherche explore, à différentes échelles, le comportement mécanique du béton dans des conditions de sollicitations environnementales sévères.

#### **4. Analyse des propriétés chimio-mécaniques du béton à l'échelle locale**

## 4.1. Introduction

Les propriétés mécaniques du béton dégradé par lixiviation dépendent des phénomènes qui se produisent à l'échelle locale de la liaison pâte/granulat. Cependant, une exploration à cette échelle demande une méthodologie expérimentale orientée vers le lien qui existe entre la dégradation chimique et les propriétés mécaniques du matériau. C'est dans ce but qu'un protocole expérimental a été défini dans le chapitre précédent. Dans ce chapitre, les résultats obtenus en utilisant ce protocole expérimental seront présentés. Afin d'étayer ces résultats, et du fait d'une méthodologie expérimentale particulière, l'utilisation des méthodes expérimentales connexes permet la vérification des résultats obtenus.

Dans un premier temps, la dégradation chimique des échantillons ainsi que son effet sur des propriétés mécaniques sont examinés par l'intermédiaire des analyses à l'échelle de la microstructure. L'objectif de base consiste à déterminer, pour plusieurs durées de dégradation, le taux de dégradation chimique de l'ITZ et de la pâte de ciment qui est une variable caractéristique pour l'avancement de la dégradation. Au-delà de cet aspect, la nature de la dégradation chimique est analysée suite à l'observation de la décalcification au niveau de l'ITZ et de la pâte. Ensuite, une première information sur l'effet de la dégradation chimique sur le module d'Young de la pâte est obtenue à l'échelle de la microstructure.

Afin d'accéder aux propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte, des essais mécaniques à l'échelle locale sont d'abord effectués sur des échantillons sains. Les propriétés mécaniques sont obtenues à travers des courbes contraintes/déformations, tandis que des informations complémentaires sont révélées par les champs de déplacements et de déformations. La confrontation des résultats obtenus par les différents types d'essais permet aussi d'évaluer la fiabilité des résultats obtenus.

Après cette étape, l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte est évalué dans une seule configuration d'essai, en lien avec le taux de dégradation chimique. Dans ce sens, l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de dégradation chimique est analysée en faisant référence à d'autres aspects connexes, comme la dissolution chimique ou l'apparition de la fissuration.

Donc, l'analyse des résultats obtenus est orientée vers l'étude du lien qui existe entre des phénomènes de natures différentes, chimique et mécanique, mais aussi à vérifier la fiabilité des résultats grâce à l'utilisation de plusieurs méthodes.

## 4.2. Analyses à l'échelle de la microstructure

Au niveau de la microstructure, les analyses d'images ont servi à mesurer l'épaisseur dégradée au niveau de la pâte de ciment et à l'interface, conformément à la procédure présentée dans le paragraphe 3.5.1. Les mesures réalisées à l'interface, du côté de la pâte, ont été considérées représentatives pour l'ITZ. Au total, la mesure de l'épaisseur dégradée a été réalisée pour chacune des cinq durées de dégradation sur 5 échantillons en pâte de ciment et 5 échantillons composites.

Ensuite, les dissolutions chimiques de l'ITZ et de la pâte de ciment ont été évaluées par des analyses chimiques EDS, suivant la procédure présentée dans le paragraphe 3.5.3, suite à la mesure des concentrations chimiques élémentaires.

Après cela, l'évolution du module d'Young dans la zone dégradée de la pâte de ciment a été analysée par la micro-indentation. La comparaison des résultats de ces trois techniques évoquées – analyse d'image, analyse chimique EDS et micro-indentation – a permis de vérifier les éventuelles corrélations entre les résultats obtenus.

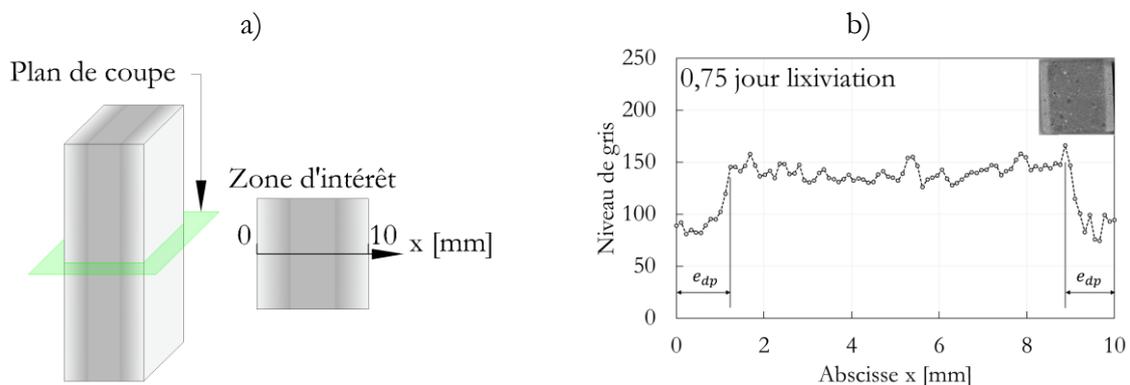
En ce qui concerne l'analyse de la dissolution chimique et la micro-indentation, elles ont été réalisées sur 3 échantillons composites pour une seule durée de dégradation – 4 jours, sur des sections polies (voir paragraphe 3.5.2)

### 4.2.1. Cinétique de dégradation

La mesure de l'épaisseur dégradée a été réalisée suite à l'analyse de l'évolution du niveau de gris sur sections transversales. Cela a été possible grâce au contraste évident entre le niveau de gris des zones dégradées situées aux extrémités de la section transversale et celui de la zone saine située au milieu.

Les profils de niveaux de gris ont été tracés le long de la médiane de la section transversale, conformément à la méthode présentée dans le paragraphe 3.5.1. Sur ces profils de niveaux de gris, la mesure des épaisseurs dégradées de la pâte  $e_{dp}$  et à l'interface  $e_{di}$  a été possible grâce à la délimitation des zones saine et dégradées.

Des images des sections transversales des échantillons en pâte de ciment, ainsi que les profils de niveaux de gris associées pour chaque durée de dégradation sont présentés dans la Figure 73.



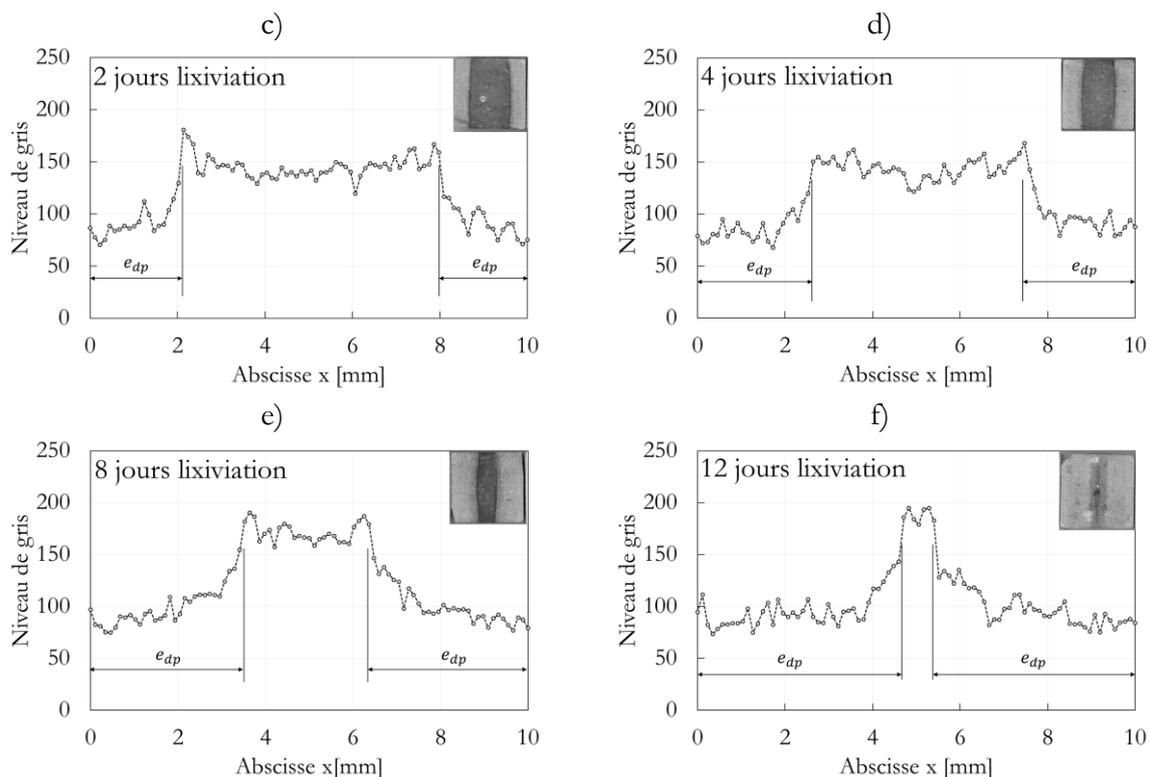


Figure 73 Évolution du niveau de gris sur la médiane de la section transversale des échantillons en pâte. Principe de la mesure (a) ; Échantillons en pâte de ciment après 0,75 jour (b), 2 jours (c), 4 jours (d), 8 jours (e) et 12 jours (f) de lixiviation

Dans cette figure, on observe que le niveau de gris est élevé dans la zone saine tandis qu'il est plus faible dans la zone dégradée. Dans la zone dégradée, il existe une zone intermédiaire où la décroissance du niveau de gris est rapide et varie entre la valeur élevée rencontrée dans la zone saine et la valeur réduite rencontrée à l'extrémité de la zone dégradée. Au regard de ces deux sous-zones dégradées, celle intermédiaire et celle située à l'extrémité, des informations complémentaires liées aux niveaux de décalcification et à l'effet sur les propriétés mécaniques se trouvent dans les paragraphes 4.2.2 et 4.2.3.

En ce qui concerne la mesure de l'épaisseur dégradée de la pâte réalisés par analyse d'image, afin de vérifier leur validité, ces résultats ont été confrontés avec ceux issus des analyses chimiques MEB/EDS. Pour une seule durée de dégradation (4 jours), les profils de niveau de gris obtenus par l'analyse d'image ont été comparés avec les profils de concentration chimique réalisés par EDS dans la direction de dégradation (Figure 74). Ces profils indiquent l'évolution de la concentration ponctuelle des éléments chimiques dans la zone dégradée sur une ligne qui part du bord de l'échantillon vers le cœur sain. Ils ont été réalisés à des distances supérieures à 2 mm par rapport à l'interface pour éviter toute influence de l'ITZ.

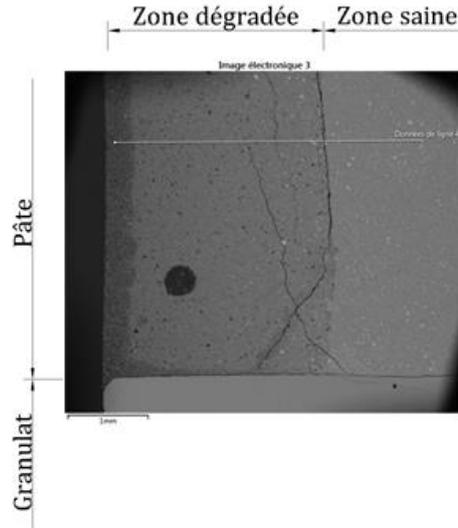


Figure 74 Profil de concentration chimique dans la direction de la dégradation chimique

La Figure 75 présente l'évolution de la concentration massique en Calcium et l'évolution du niveau de gris en fonction de la distance par rapport au bord attaqué par la solution agressive.

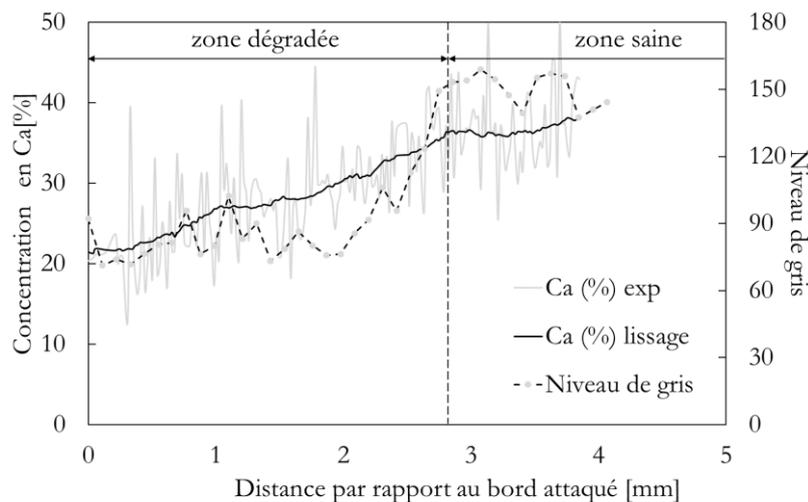


Figure 75 Profil de concentration du Calcium dans la pâte de ciment dégradée dans la direction de dégradation au bout de 4 jours

Dans cette figure, la position du front de dégradation obtenue par EDS peut être comparée avec celle obtenue à travers l'analyse d'image. Ce front est le point où la concentration en Calcium atteint la valeur moyenne de la zone saine, l'épaisseur dégradée étant égale à la distance entre le bord attaqué et le front de dégradation. Une approche similaire a été déjà utilisée dans la littérature par des auteurs qui ont mesuré l'épaisseur dégradée suite à l'observation de l'évolution de la concentration en Calcium dans la zone dégradée (Camps, 2008; Carde et al., 1996). En ce qui concerne la valeur de l'épaisseur dégradée obtenue à partir de cette analyse chimique, elle est en bon accord avec celle obtenue suite à l'analyse des niveaux de gris, l'écart étant réduit.

Une fois la mesure des épaisseurs dégradées obtenue par analyse d'image validée, on a pu déterminer la cinétique de dégradation par l'intermédiaire de la relation entre l'épaisseur dégradée et la racine carrée du temps, illustrée dans la Figure 76. Dans cette figure, on observe que l'évolution

de l'épaisseur dégradée en fonction de la racine carrée de temps peut être approximée par une droite. La proportionnalité de l'épaisseur dégradée par rapport à la racine carrée du temps est une conséquence du caractère diffusif de la cinétique de lixiviation en solution de nitrate d'ammonium (Cardé et al., 1996; Mainguy et al., 2000; Nguyen, 2005). Dans notre cas, on peut approcher la valeur de l'épaisseur dégradée de la pâte  $e_{dp}$  en fonction du temps par :

$$e_{dp} = 1,35 * \sqrt{j} \quad (4.1)$$

où  $j$  est la durée de dégradation exprimée en jour.

Grâce à la connaissance de l'épaisseur dégradée, on peut définir l'état de dégradation par une variable qui indique la fraction dégradée de l'échantillon. En fonction de cette variable, par la suite, l'évolution des propriétés mécaniques sera évaluée, afin d'en déduire l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques. Cette variable est représentée par le taux de dégradation chimique  $\delta_{p\grave{a}te}(t)$ , calculé pour chaque durée de dégradation  $t$ , et défini comme étant le rapport entre l'aire de la surface dégradée de la section transversale  $A_{d\ p\grave{a}te}(t)$  et l'aire totale de la section transversale  $A_t$  :

$$\delta_{p\grave{a}te}(t) = \frac{A_{d\ p\grave{a}te}(t)}{A_t} = \frac{2 * e_{dp}(t) * l}{l^2} = \frac{2 * e_{dp}(t)}{l} \quad (4.2)$$

où  $e_{dp}(t)$  représente l'épaisseur moyenne dégradée mesurée pour une durée de dégradation donnée ;  $l$  représente le coté de la section transversale carrée de 10 mm.

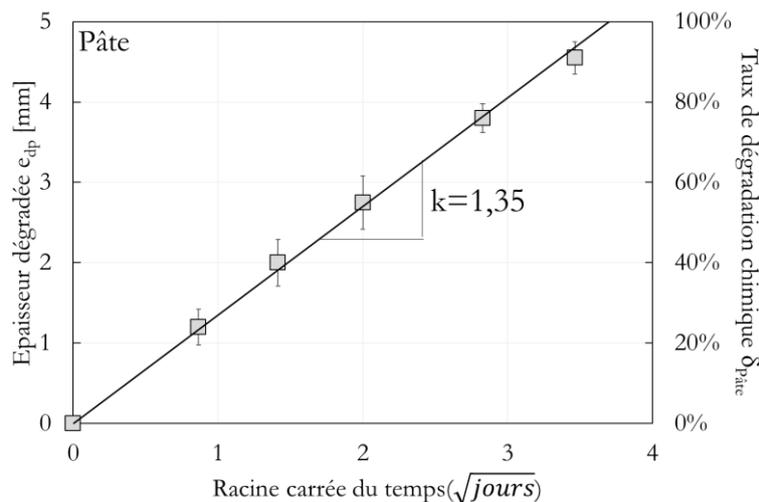


Figure 76 Cinétique de dégradation de la pâte

En ce qui concerne le facteur de proportionnalité entre l'épaisseur dégradé et la racine carrée de la durée de dégradation, exprimée en jours, sa valeur est 1,35. Cette valeur est sensiblement similaire à celle obtenue par Cardé (Cardé and François, 1997b) sur des cylindres en pâte de ciment (diamètres entre 10 et 30 mm) avec une composition chimique similaire : ciment Portland pur CEM I et e/c de 0,4. En revanche, ce facteur de proportionnalité est inférieur à 2, valeur obtenue par Jebli (2016) qui a utilisé un protocole de dégradation similaire mais sur un matériau plus diffusif : pâte de ciment CEM II avec e/c de 0,5. D'autres facteurs de proportionnalité plus grands ont été obtenus par des chercheurs qui ont utilisés des moyens d'accélération supplémentaire, tel que l'agitation continue (Heukamp, 2003; Le Bellégo, 2001).

Suite à la mesure des épaisseurs dégradées sur des échantillons en pâte, les épaisseurs dégradées ont été mesurées aussi sur des échantillons composites. Pour ces échantillons composites, les

profils des niveaux de gris obtenus à l'interface et au cœur de la pâte de ciment pour des différentes durées de dégradation sont présentés dans la Figure 77. La méthode par laquelle ces profils ont été obtenu est présentée dans le paragraphe 3.5.1.

Dans cette figure, on observe globalement qu'en augmentant la durée de dégradation, les épaisseurs dégradées mesurées à l'interface et dans la pâte de ciment augmentent. Pourtant, avec le temps l'épaisseur dégradée mesurée à l'interface commence à devenir supérieure par rapport à celle mesurée dans la pâte.

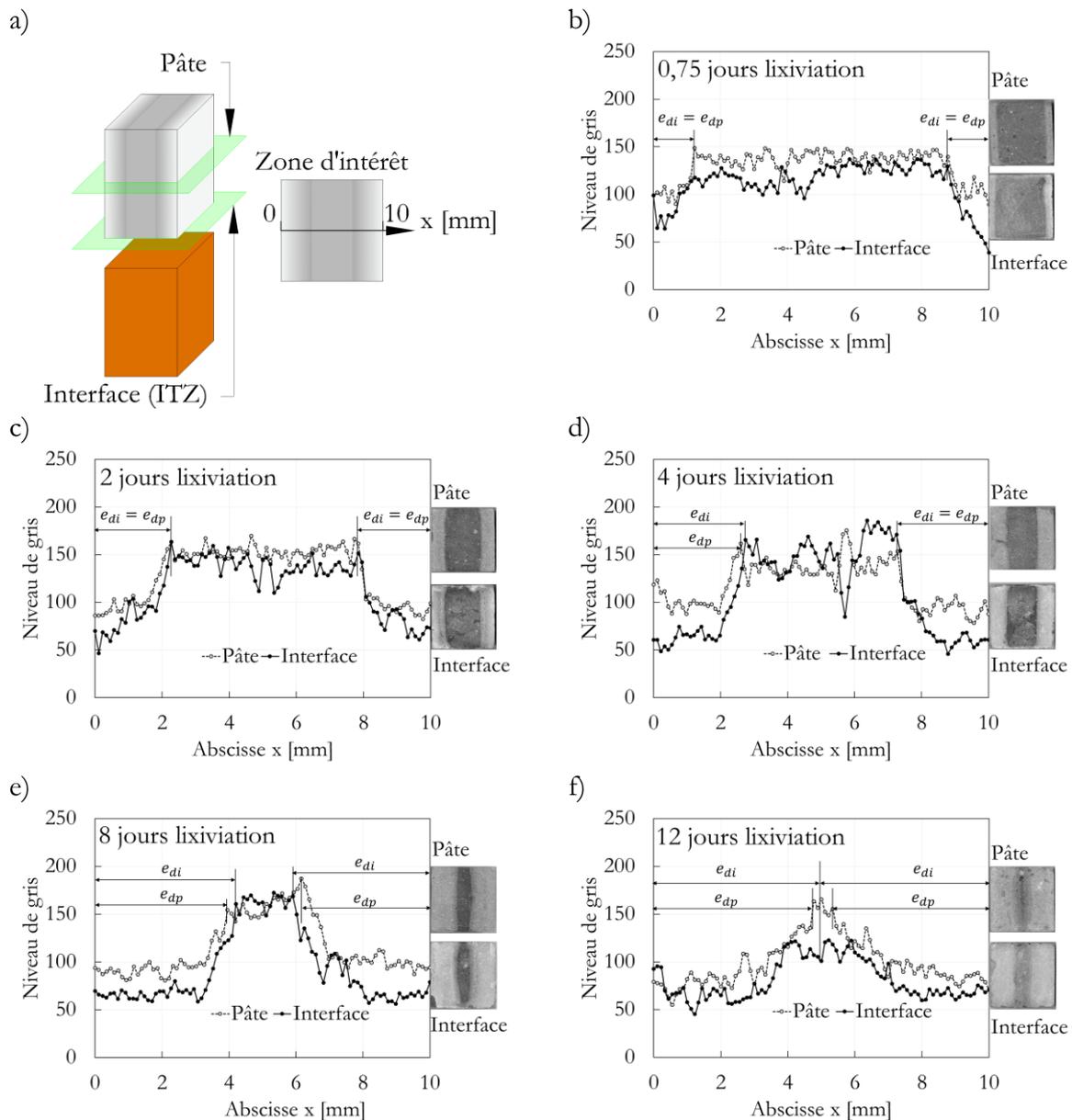


Figure 77 Évolution du niveau de gris sur la médiane des sections transversales des échantillons composites, à l'interface et dans la pâte. Principe de la mesure (a) ; Échantillons en composites après 0,75 jour (b), 2 jours (c), 4 jours (d), 8 jours (e) et 12 jours de lixiviation (f)

L'épaisseur dégradée mesurée à l'interface  $e_{di}$  a été considérée représentative pour l'ITZ, cette affirmation étant vérifiée dans le paragraphe 4.2.2. A partir de cette épaisseur dégradée de l'ITZ, le taux de dégradation chimique de l'ITZ,  $\delta_{ITZ}$  a été calculé d'une manière analogue à celui de la pâte

(relation (4.2)). En ce qui concerne l'épaisseur dégradée mesurée au niveau du cœur de la pâte sur les échantillons composites, elle est similaire à celle mesurée sur des échantillons en pâte pure.

Par la suite, afin d'évaluer l'évolution relative du taux de dégradation chimique de l'ITZ par rapport à celui de la pâte, le rapport entre ces deux grandeurs a été calculée pour chaque échantillon composite. Donc, dans la Figure 78, l'évolution de ce rapport relatif moyen est représenté en fonction du taux de dégradation moyen de la pâte associé à la même durée de dégradation.

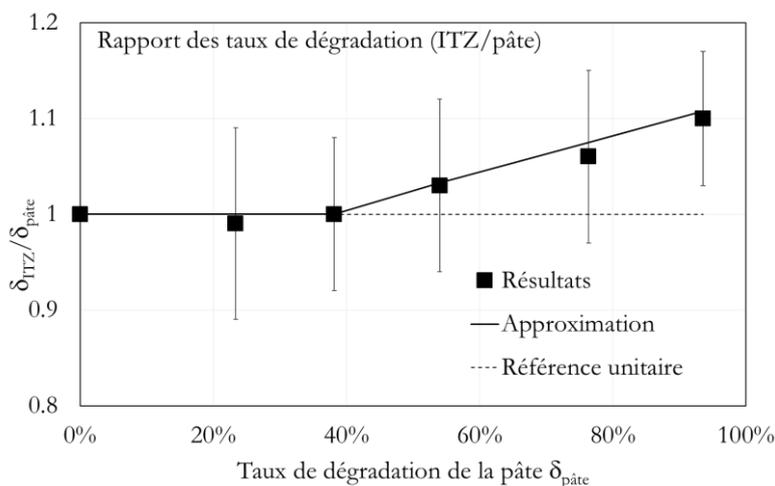


Figure 78 Évolution dans le temps du rapport entre l'épaisseur dégradée de l'interface et de la pâte

Dans cette figure, on observe que dans le domaine des taux de dégradation inférieures à 40%, le rapport entre le taux de dégradation chimique de l'ITZ et celui de la pâte est quasiment unitaire. Pour des taux de dégradation chimique supérieures à 40%, la cinétique de dégradation de l'ITZ s'accélère jusqu'à atteindre un rapport maximum d'environ 1,1. En effet, à ce moment-là, l'ITZ est dégradée en intégralité (Figure 77), tandis que, dans le cœur de la pâte de ciment, on remarque encore une zone saine.

Suite à l'ensemble des observations réalisées dans ce paragraphe, la cinétique de dégradation chimique de la pâte et de l'ITZ est présentée sur la Figure 79. Cette cinétique de dégradation est représentée par l'évolution temporelle du taux de dégradation chimique. Les taux de dégradation chimique de l'ITZ et de la pâte coïncident au début et sont proportionnels à la racine carrée du temps. L'accélération de la cinétique de dégradation de l'ITZ est une conséquence de l'augmentation de la diffusivité. Ce phénomène se produit dans un premier temps suite à l'augmentation importante de la porosité générée par la dissolution de la portlandite au niveau de l'ITZ dégradé (voir paragraphe 4.2.2). L'augmentation de la diffusivité peut être augmentée par une fissuration, qui peut être isolée dans la microstructure, ou plus étendue. Dans ce sens, des preuves évidentes n'existent pas, mais des indices peuvent être distingués. En effet, à partir de 8 jours de lixiviation, les échantillons deviennent pré-fissurés, suite à la dégradation chimique (paragraphe 4.4.2). Cependant, l'effet supplémentaire de la fissuration sur l'accélération de la cinétique de dégradation de l'ITZ n'est pas significatif pendant les durées de dégradation de cette étude.

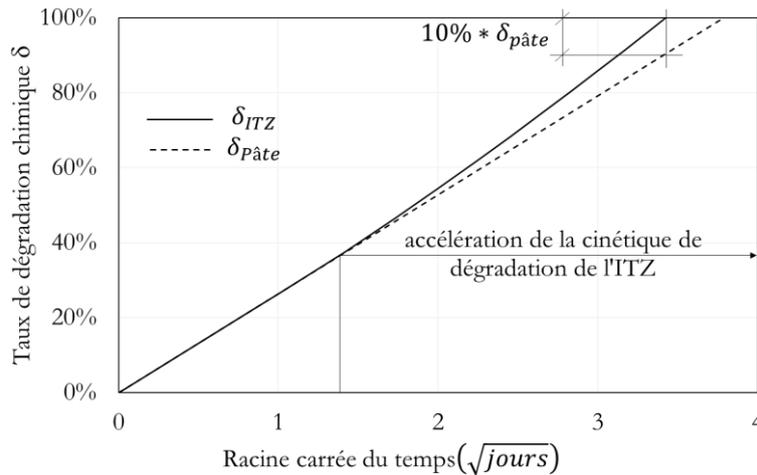


Figure 79 Cinétiques de dégradation modélisées de l'ITZ et de la pâte

#### 4.2.2. Caractérisation de la dissolution au niveau de l'ITZ

Les observations chimiques par EDS ont été réalisées afin d'évaluer la nature et l'ampleur de la dissolution au niveau de l'ITZ, ainsi que pour vérifier l'épaisseur dégradée obtenue par analyse d'image. Ces analyses ont été conduites pour un seul niveau de dégradation à cause d'une préparation laborieuse qui a générée des contraintes de temps limitant le nombre d'échantillons disponibles pour ce genre d'observation. Le niveau de dégradation est défini par un taux de dégradation chimique moyen de la pâte de 56%, qui correspond à une durée de dégradation de 4 jours. Ce taux de dégradation peut être considéré comme un point d'inflexion dans le comportement de la liaison pâte/granulat. En effet, dans son voisinage, des changements de tendance se manifestent dans la cinétique de dégradation de l'ITZ et dans l'évolution des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat. . Donc, ce niveau de dégradation a été considéré génériquement comme un point d'inflexion approximatif dans le comportement chimio-mécanique de la pâte et de la liaison pâte/granulat.

##### 4.2.2.1. Évolution de la dissolution chimique dans la zone dégradée de la pâte

Dans un premier temps, malgré le fait que l'observation de la concentration en Calcium a permis la mesure de l'épaisseur dégradée, l'utilisation d'un autre indicateur a été souhaitée afin de rendre compte de l'évolution de la dégradation chimique dans la zone dégradée. Pour plus de clarté et dans la perspective de comparer l'ampleur de la dissolution au niveau de l'ITZ et de la pâte, l'évolution du rapport molaire Ca/Si a été étudiée dans la zone dégradée sur un profil horizontal parallèle à l'interface. L'observation du rapport Ca/Si est justifiée par la relation qui existe entre sa valeur et le niveau de dissolution chimique. En effet, le rapport Ca/Si est directement lié à la dissolution de la portlandite et à la décalcification du C-S-H (Figure 22).

La Figure 80 illustre donc l'évolution du rapport molaire Ca/Si et du niveau de gris en fonction de la distance par rapport au bord attaqué par la solution agressive. En vue de faciliter l'interprétation de ce résultat, les points avec des rapports Ca/Si supérieur à 10 ont été écartés. Ces points sont associés à des zones de portlandite et ils ont une fréquence d'apparition réduite dans la zone saine étudiée (environ 5%).

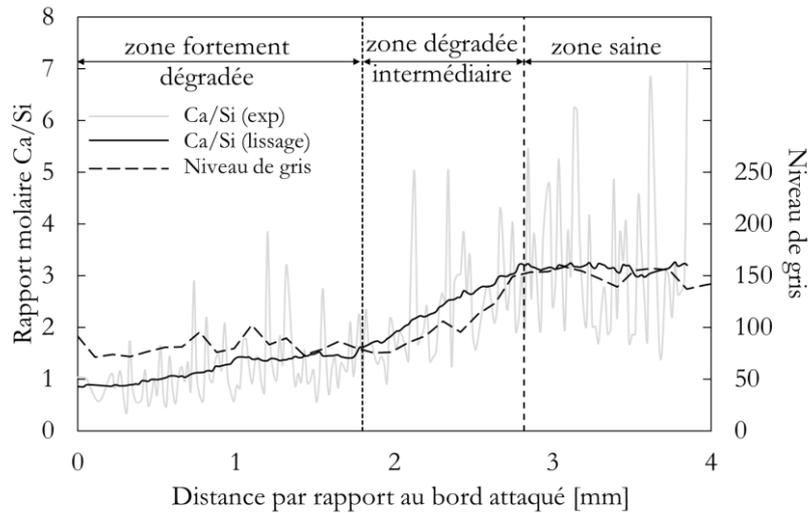


Figure 80 Profil Ca/Si molaire dans la direction de dégradation

Dans cette figure, suite au lissage de la courbe brute, on distingue plus clairement la zone saine, une zone dégradée intermédiaire et une zone fortement dégradée. On observe aussi qu'à l'instar de l'évolution de la concentration massique en Calcium, à travers l'observation de l'évolution du rapport molaire Ca/Si, la même épaisseur dégradée que suite à l'analyse d'image est obtenue. Il est donc possible de localiser un front principal de dégradation qui délimite la zone dégradée et la zone saine ainsi qu'un front intermédiaire qui se trouve entre la zone dégradée intermédiaire et la zone fortement dégradée. D'après la littérature, le front principal est le front de dissolution de la portlandite et le front intermédiaire le front de décalcification des C-S-H (Carde and François, 1997b).

Dans la zone dégradée intermédiaire, on remarque une chute prononcée de rapport Ca/Si, tandis que dans la zone fortement dégradée, la valeur du rapport Ca/Si présente une variation moins importante. La valeur moyenne du rapport Ca/Si dans la zone saine de 3,2 est similaire à celle rapportée par d'autres auteurs (Nguyen, 2013; Yuan and Odler, 1987). Cette valeur est supérieure au rapport moyen des C-S-H (1,7) due à la coexistence des C-S-H avec des cristaux de portlandite et d'ettringite. En revanche, la zone fortement dégradée présente des rapports Ca/Si entre 1 et 1,55, caractéristiques pour les C-S-H décalcifiés (R. Berner, 1988).

#### 4.2.2.2. Délimitation de l'ITZ et du cœur de la pâte de ciment

Afin de réaliser l'analyse de la dissolution chimique de l'ITZ et du cœur de la pâte, des séries de profils de concentration linéaires ont été réalisées dans la zone interfaciale saine et dégradée. La méthode par laquelle ces profils ont été obtenus est présentée dans le paragraphe 3.5.3. Ces profils linéaires sont perpendiculaires à l'interface. Ils sont formés par une série de mesures ponctuelles et s'étendent sur une longueur de 200  $\mu\text{m}$ . L'écartement entre les points de mesure situés sur chaque ligne de profil est de 1  $\mu\text{m}$ . L'écartement entre les lignes de profil dans la direction de l'interface est de 100  $\mu\text{m}$  (Figure 81).

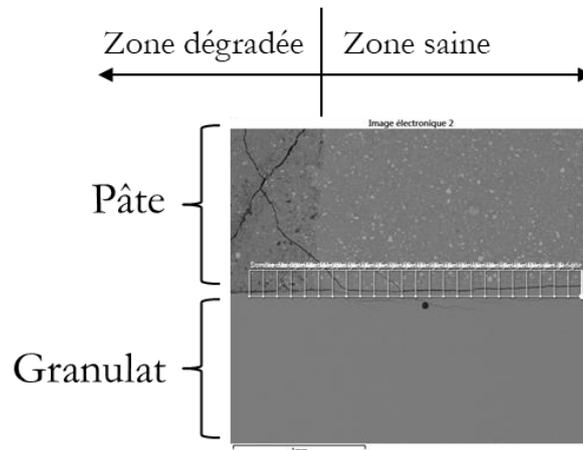


Figure 81 Profils de concentration en Calcium dans l'ITZ à cheval entre la zone saine et dégradée

En premier lieu, afin de distinguer l'ITZ du cœur de la pâte de ciment, la détermination préalable de l'épaisseur de l'ITZ a été nécessaire. Cela a été réalisé en étudiant l'évolution des rapports molaires Ca/Si et Al/Si dans la zone saine (Figure 82).

L'évolution des rapports molaires Ca/Si et Al/Si moyens dans la pâte en fonction de la distance par rapport au granulat montre une zone d'environ 15  $\mu\text{m}$ , adjacente au granulat où ces rapports sont supérieurs à ceux enregistrés au cœur de la pâte. Cette zone de 15  $\mu\text{m}$  correspond à l'ITZ. Au-delà de 15  $\mu\text{m}$ , dans la zone qui correspond au cœur de la pâte de ciment, la valeur moyenne du rapport Ca/Si au cœur de la pâte de ciment est relativement stable autour de 3,2. Cette valeur est similaire à celle obtenue sur un profil horizontal dans la direction de dégradation de la pâte (paragraphe 4.2.1, confirmant ainsi qu'il s'agit du cœur de la pâte de ciment).

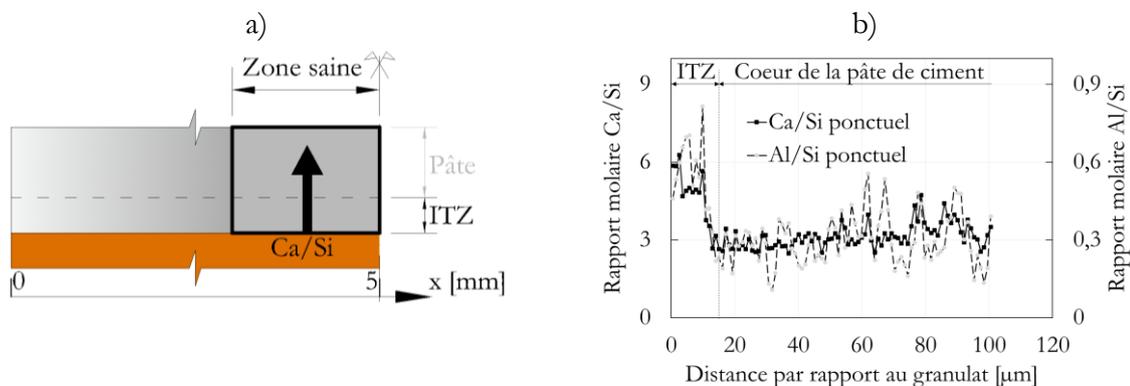


Figure 82 Distribution du rapport molaire Ca/Si dans la proximité de l'interface pâte de ciment / granulat. Zone d'intérêt (a) et graphique (b)

En ce qui concerne les rapports Ca/Si et Al/Si observé dans l'ITZ, leurs valeurs élevées sont des conséquences des teneurs élevées en portlandite et ettringite (Crumbie, 1994; Monteiro and Mehta, 1985; Ollivier et al., 1995).

Quant à l'épaisseur de l'ITZ de 15  $\mu\text{m}$ , elle est inférieure aux valeurs obtenues dans la littérature, généralement autour de 50  $\mu\text{m}$ . Cette différence peut s'expliquer par plusieurs raisons : le matériau étudié, la méthode de fabrication et la méthode de mesure utilisée. En utilisant des rapports e/c supérieurs à 0,4 et des granulats siliceux, la formation d'un ITZ plus étendue est favorisée (Leemann et al., 2010, 2006; Nguyen, 2013). En revanche, dans notre cas, l'échantillon composite pâte de ciment/granulat représente un cas idéalisé du fait du matériau utilisé et de la méthode de fabrication. D'une part, le rapport eau/ciment modéré et l'emploi des granulats calcaires peuvent

favoriser une compacité importante de l'ITZ. D'autre part, le coulage de la pâte sur le granulat favorise le dépôt de grains de ciment anhydre sur la surface du granulat, ce qui conduit à la formation d'une quantité importante de hydrates et à la diminution de la taille de l'ITZ.

En ce qui concerne la méthode utilisée pour déterminer l'épaisseur de l'ITZ, des différentes possibilités ont été rencontrées dans la littérature. Le plus souvent, l'épaisseur de l'ITZ est estimée à travers le gradient de porosité, et dans certains cas, à travers le gradient de rigidité de la microstructure. L'évaluation de l'épaisseur de l'ITZ à travers le gradient du rapport Ca/Si tient compte notamment de la teneur en portlandite, qui est élevée au niveau de l'ITZ. En effet, cette zone de 15  $\mu\text{m}$  adjacente au granulat est celle où les particularités de l'ITZ sont le plus accentuées, à cause de l'effet de paroi, (Ollivier and Massat, 1994; Scrivener et al., 2004).

#### 4.2.2.3. Caractérisation de la zone dégradée

Suite à la délimitation de l'ITZ du cœur de la pâte de ciment, il est possible maintenant de comparer leurs états de dissolution dans les zones dégradées. Afin d'y parvenir, l'évolution des rapports Ca/Si a été étudiée au niveau de l'ITZ (moins de 15  $\mu\text{m}$  par rapport au granulat) et du cœur de la pâte de ciment (entre 15  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$  par rapport au granulat) en fonction de la distance par rapport au bord de l'échantillon (Figure 83).

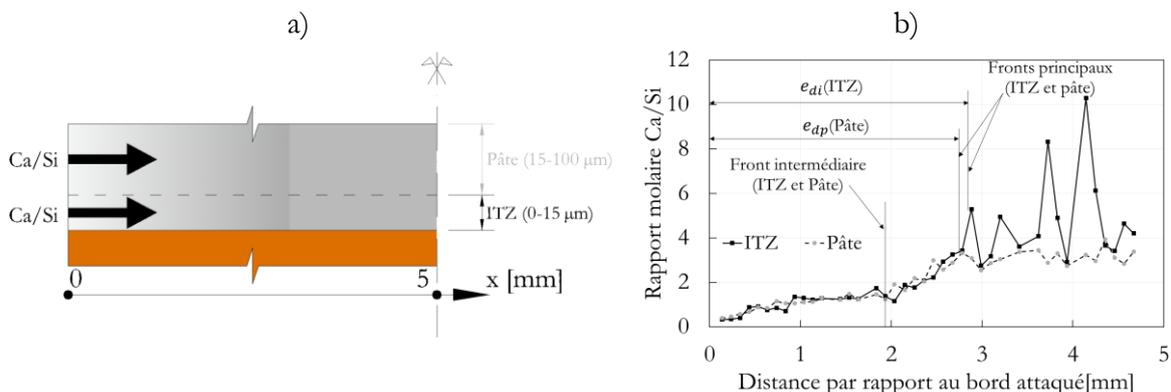


Figure 83 Profil du rapport molaire Ca/Si au niveau de l'ITZ et de la pâte de ciment dans la direction de dégradation (localisation (a) et profil chimique (b))

Dans cette figure, on observe l'existence d'une zone saine et d'une zone dégradée au niveau de l'ITZ et de la pâte de ciment. La zone dégradée est formée par une zone intermédiaire dégradée et une zone fortement dégradée.

Dans la zone saine, les rapports molaires Ca/Si rencontrés dans la pâte sont supérieurs et plus dispersés que ceux rencontrés au cœur de la pâte de ciment. Ceci est une conséquence de la présence importante de la portlandite et de l'ettringite dans l'ITZ (Scrivener et al., 2004), qui ont des distributions assez hétérogènes (Diamond and Huang, 2001).

En revanche, dans l'ensemble de la zone dégradée (intermédiaire dégradée et fortement dégradée), une forte similitude est observée entre les valeurs des rapports Ca/Si rencontrés au niveau de l'ITZ et de la pâte. Elle peut s'expliquer par l'existence des mêmes produits résiduels dans les deux zones, suite à la dissolution de la portlandite (Mainguy et al., 2000), espèce chimique qui se trouvait en excès dans la zone saine de la pâte.

Une autre observation qui peut être faite à travers cette figure est liée aux épaisseurs dégradées de la pâte et de l'ITZ ( $e_{dp}$  et  $e_{di}$ ), comparables avec celles obtenues par analyse d'image dans le paragraphe 4.2.1. Les épaisseurs dégradées obtenues par les deux méthodes sont similaires et

indiquent aussi un léger incrément de l'épaisseur dégradée de l'ITZ par rapport à la pâte pour cette durée de dégradation – 4 jours. Ces deux observations confirment ainsi la méthode de mesure de l'épaisseur dégradée par analyse d'image.

Après la délimitation des trois zones caractéristiques de la dégradation (zone saine, zone intermédiaire et zone fortement dégradée), la distribution statistique des rapports molaires ponctuels Ca/Si au niveau de l'ITZ et du cœur de la pâte a été analysée. L'interprétation de ces données statistiques est possible grâce à la connaissance des rapports molaires Ca/Si des hydrates : C-S-H sains et décalcifiés (Mainguy et al., 2000; Richardson, 1999), portlandite et ettringite (Tableau 9).

Espèce chimique	Ca/Si
<b>C-S-H</b>	1,2 - 2,3
<b>C-S-H partiellement décalcifiés</b>	1,00 - 1,65
<b>C-S-H fortement décalcifiés</b>	0 - 1
<b>CH</b>	$\infty$
<b>C-A-S-H</b>	$\infty$

Tableau 9 Rapports Ca/Si caractéristiques des différents hydrates

Les distributions statistiques des rapports molaires Ca/Si ont été déterminées à partir de la fréquence des valeurs rencontrées. La fréquence d'apparition  $F(x_i)$  d'un intervalle de valeurs centré en  $x_i$  a été calculée avec la formule :

$$F(x_i) = \frac{N_{x_i}}{N_{tot}} \quad (4.3)$$

où  $N_{x_i}$  représente le nombre de valeurs appartenant à l'intervalle concerné, tandis que  $N_{tot}$  représente le nombre total de valeurs contenues dans l'échantillon statistique analysé.

La Figure 84 présente la distribution statistique des rapports Ca/Si dans la zone saine, dans la zone dégradée intermédiaire et dans la zone fortement dégradée de l'ITZ et de la pâte. Dans la zone saine (Figure 84 a), on observe une différence visible entre la distribution statistique des rapports Ca/Si entre l'ITZ et la pâte. Pour la pâte, les rapports Ca/Si d'approximativement 2 sont les plus fréquents, tandis que dans l'ITZ, la fréquence maximale est celle des Ca/Si d'approximativement 3. En effet, le rapport Ca/Si égal à 2 est proche du rapport Ca/Si moyen des C-S-H (1,7), indiqué par (Richardson, 1999)(Allen et al., 2007). La concentration de la fréquence d'apparition autour de cette valeur confirme que les C-S-H sont les principales espèces chimiques présentes dans la pâte. En revanche, en ce qui concerne l'ITZ, la fréquence d'apparition maximale des Ca/Si d'environ 3 s'explique par un fin enchevêtrement des C-S-H avec des cristaux de portlandite et d'ettringite, ce qui fait augmenter le rapport Ca/Si mesuré. Une tendance similaire a été remarqué par Yuan and Odler (1987) qui ont déterminé des fréquences d'apparition maximale des rapports Ca/Si entre 1,5 et 2 dans la pâte et des rapports Ca/Si entre 3,5 et 4 à l'interface. Cette étude était faite sur des composites pâte de ciment/granulat en marbre (roche dérivée du calcaire), dont le ciment utilisé était un ciment Portland pur (CEM I) et le rapport e/c était de 0,35, donc une composition chimique proche de la nôtre.

A part ces intervalles principaux de concentrations de fréquences d'apparition, une autre concentration de fréquence secondaire est remarquée pour des rapports Ca/Si supérieurs à 12. Ces

valeurs des rapports Ca/Si sont caractéristiques des zones avec une forte présence de portlandite et d'ettringite et une faible présence des C-S-H. La fréquence d'apparition des rapports Ca/Si supérieurs à 12 est plus importante dans l'ITZ. Cela est une conséquence d'une teneur élevée en portlandite et ettringite, ce qui représente une des principales particularités de l'ITZ (Crumbie, 1994; Monteiro and Mehta, 1985; Scrivener, 1996).

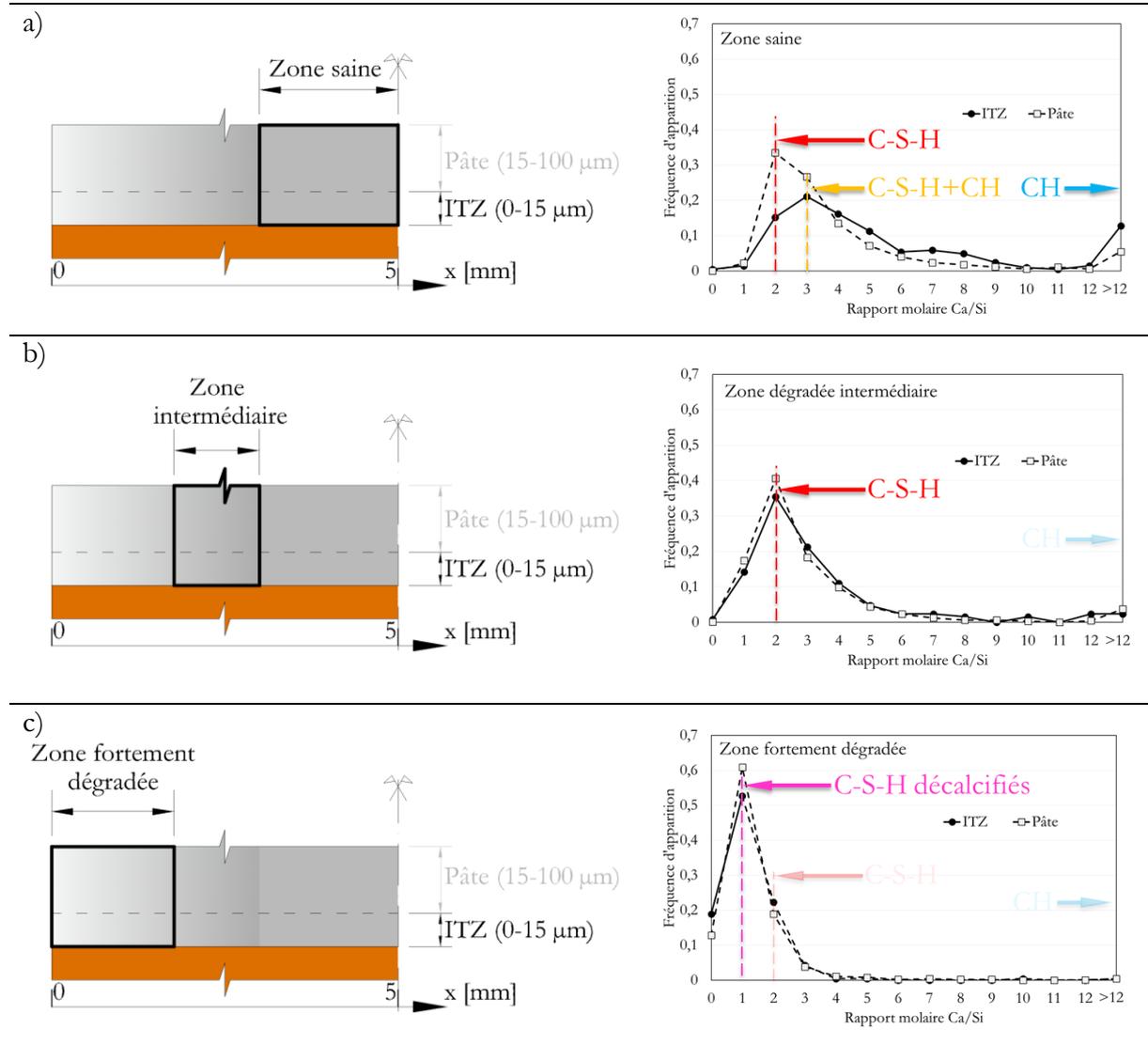


Figure 84 Distribution statistique des rapports Ca/Si dans la zone saine (a), dans la zone intermédiaire (b) et dans la zone fortement dégradée (c)

Dans la zone dégradée intermédiaire (Figure 84 b), la distribution statistique des rapports Ca/Si rencontrés dans la pâte et dans l'ITZ est similaire. D'après la littérature, cette zone se caractérise par la dissolution de la portlandite, les C-S-H étant peu affectés. Les valeurs se trouvent concentrées autour d'un rapport Ca/Si d'environ 2. Cette valeur est proche du rapport molaire Ca/Si moyen des C-S-H. La fréquence d'apparition des rapports Ca/Si élevés est sensiblement diminuée par rapport à l'état sain, suite à la dissolution de la portlandite. La similitude des courbes de fréquence statistique dans la pâte et dans l'ITZ peut être attribuée à similitudes des produits chimiques présents, des C-S-H, après la dissolution de la portlandite (Adenot, 1992).

Dans la zone fortement dégradée (Figure 84 c), les distributions statistiques des rapports Ca/Si dans l'ITZ et dans la pâte sont de nouveau rapprochées. Cette fois-ci, la densité maximale de

fréquence pour la pâte et pour l'ITZ est concentrée autour de 1. La distribution statistique est encore plus resserrée que dans le cas de la zone intermédiaire. De nouveau, la similitude des courbes de fréquence statistique s'explique par l'existence des mêmes produits résiduels dans l'ITZ et dans la pâte de ciment, cette fois-ci des C-S-H décalcifiées, avec des rapports Ca/Si inférieurs à 1,7.

Donc, suite à l'analyse statistique des rapports Ca/Si dans l'ITZ et dans la pâte, une image globale de leurs compositions chimiques peut être esquissée. Dans la zone saine, la teneur importante en portlandite de l'ITZ génère des rapports Ca/Si supérieurs à ceux rencontrés dans la pâte de ciment. En ce qui concerne la zone dégradée, la présence des mêmes produits chimique résiduels se manifeste par la similitude des rapports Ca/Si.

Par la suite, afin de compléter les observations faites suite à l'analyse statistique des rapports Ca/Si, l'évolution moyenne de ces rapports a été étudiée dans les trois zones de dégradation en fonction de la distance par rapport au granulat (Figure 85).

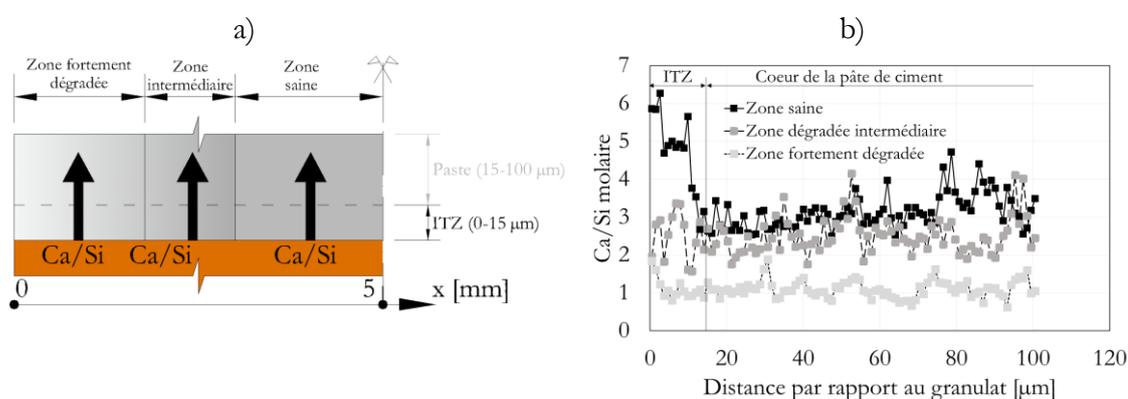


Figure 85 Distributions moyennes des rapports Ca/Si dans les trois zones associées à la dégradation chimique : zone saine, zone de dissolution de CH, zone de décalcification des C-S-H

Dans cette figure, on observe que dans la zone dégradée intermédiaire, contrairement à la zone saine, il n'existe plus de différence visible entre les rapports Ca/Si de l'ITZ et ceux de la pâte de ciment. La valeur du rapport Ca/Si est stable en fonction de la distance par rapport au granulat. Le rapport Ca/Si moyen qui est égal à 2,5 est inférieur à celui observée dans la zone saine (3,2).

Dans la zone fortement dégradée, le rapport Ca/Si suit de nouveau une tendance constante en fonction de la distance par rapport au granulat. Cette fois-ci, le rapport Ca/Si moyen a baissé jusqu'à une valeur de 1,2. Ce rapport Ca/Si réduit s'explique par la dissolution totale de la portlandite et par la décalcification des C-S-H.

Par conséquent, l'observation de cette figure renforce la conclusion que, dans la zone dégradée, suite à la décalcification plus prononcée de l'ITZ, les produits résiduels sont similaires aux ceux du cœur de la pâte.

En fait, la distribution moyenne des rapport Ca/Si dans la zone saine et dégradée (intermédiaire et fortement dégradée) en fonction de la distance par rapport à l'interface témoigne d'une plus forte dissolution au niveau de l'ITZ. Un résultat similaire a été obtenu par Burlion (Burlion et al., 2006). Il a révélé que la dissolution au niveau de l'ITZ est plus importante par rapport à celle du cœur de la pâte de ciment, créant une forte augmentation de la porosité dans l'ITZ.

Dans le cas de cette étude, la dissolution plus importante de l'ITZ par rapport au cœur de la pâte de ciment pourrait avoir des répercussions importantes sur l'adhésion entre la pâte et le granulat. Au niveau de l'ITZ, le rapport Ca/Si élevé indique une teneur importante en portlandite. Le fait

que cette espèce chimique soit dissoute crée une importante porosité qui risque d'avoir un effet significatif sur le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat.

### 4.2.3. Caractérisation des propriétés mécaniques des échantillons dégradés à l'échelle de la microstructure

Dans cette étude, on a choisi d'utiliser la micro indentation pour étudier l'évolution du module d'Young dans la zone dégradée de la pâte. L'utilité de la micro indentation est justifié dans le contexte multi-physique et multi-échelle de l'étude qui ressorts des différents types d'analyses réalisées. D'une part, la micro indentation donne accès à une grandeur d'origine mécanique, à la même échelle que l'analyse d'image et celle de la dissolution, évoqués dans les paragraphes 4.2.1 et 4.2.2, qui sont orientés vers la caractérisation de la dégradation chimique. D'autre part, elle permet la mesure d'une grandeur, le module d'Young, qui sera déterminée aussi à l'échelle locale, suite aux essais de traction.

Donc, afin de déterminer l'évolution du module d'Young dans la direction de propagation de la dégradation, des grilles d'indentation ont été réalisées au niveau de la pâte de ciment dégradée (Figure 86). Au milieu de la zone saine une autre ligne d'indents a été réalisée pour servir comme référence. Ce type d'observation par micro indentation a été réalisé sur 3 échantillons, pour une seule durée de dégradation : 4 jours (ce qui correspond à un taux de dégradation chimique de 56%).

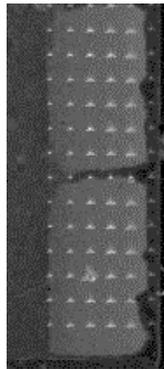


Figure 86 Groupe d'indents réalisés dans la zone dégradée de la pâte de ciment

L'intérêt de la réalisation de ces grilles de micro indentation est d'obtenir les valeurs moyennes du module d'Young représentatives pour l'échelle de la microstructure. Dans ce sens, il a été montré dans la littérature par Wei et al. (Wei et al., 2017) que pour une pâte de ciment Portland pur (CEM I) avec un rapport e/c de 0,4, la profondeur maximale d'indentation qui permet d'accéder aux propriétés homogènes du matériau est supérieure à 7  $\mu\text{m}$ . Cependant, dans le cadre de la méthode de micro indentation employée dans cette étude, la profondeur maximale d'indentation ne peut pas être fixée, mais elle est liée à la force maximale d'indentation. Cette force est constante pour tous les indents et représente un paramètre de l'essai. En vue d'obtenir une profondeur d'indentation supérieure à cette valeur, la force d'indentation choisie a été de 5 N.

La Figure 87 montre trois courbes force/profondeur désignant respectivement trois mesures ponctuelles réalisées dans les zones saine, moyennement dégradée et fortement dégradée.

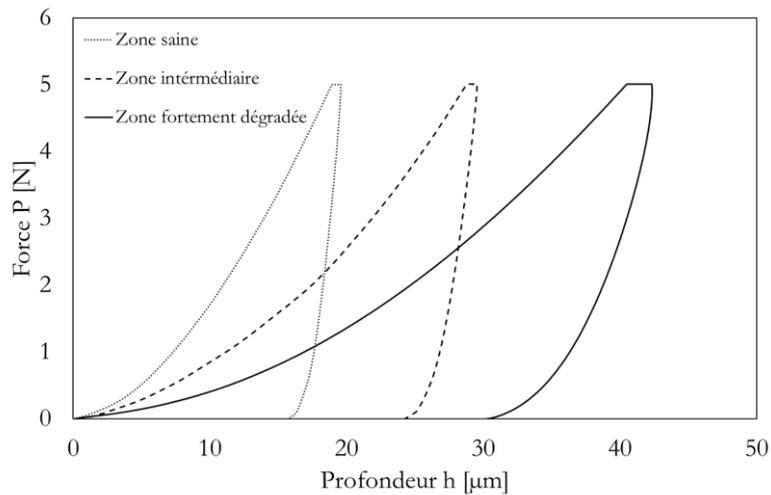


Figure 87 Courbes caractéristiques force (P) – profondeur (h) dans les trois zones associées à la dégradation : zone saine, zone dégradée intermédiaire et zone fortement dégradée

Dans cette figure, on observe que les profondeurs maximales d'indentation obtenues dans cette étude varient entre 15  $\mu\text{m}$  (dans la zone saine) et 40  $\mu\text{m}$  (dans la zone dégradée) selon chaque zone de dégradation (Figure 87). On peut donc considérer que les modules d'Young homogène du matériau peuvent être obtenues, car ces profondeurs sont supérieures à la profondeur minimale nécessaire de 7  $\mu\text{m}$  évoquée auparavant.

En ce qui concerne les valeurs des profondeurs maximales d'indentation rencontrées, elles deviennent de plus en plus grandes en allant de la zone saine vers la zone fortement dégradée. Cela s'explique par la diminution de la rigidité de la pâte dégradée, qui implique une déformation plus importante pour la même sollicitation que la zone saine.

Une fois la profondeur maximale d'indentation souhaitée atteinte, l'accès au module d'Young homogène du matériau devrait se traduire en pratique par une distribution statistique monophasique dans chaque zone. Pour vérifier cette hypothèse, la distribution statistique du module d'Young dans la zone saine a été évaluée. Cette zone représente la profondeur d'indentation la plus petite. Donc, théoriquement, c'est l'endroit le plus susceptible de présenter des hétérogénéités dans la distribution statistique des modules d'Young ponctuels.

Dans la Figure 88, la distribution statistique des modules d'Young dans la zone saine est présentée.

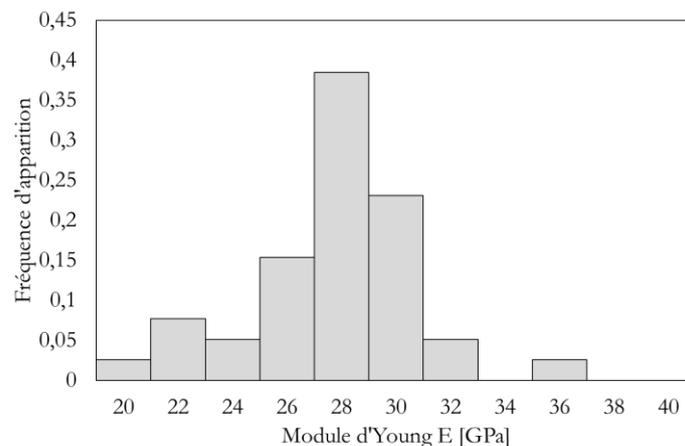


Figure 88 Courbe de distribution statistique des modules d'élasticité de la pâte de ciment

Le graphique indique une forte concentration de fréquence d'apparition autour de la valeur moyenne, validant ainsi l'hypothèse qu'il s'agit du module d'Young homogène de la pâte.

Il est possible donc, par la suite, d'évaluer l'évolution du module d'Young moyen à l'échelle de la microstructure dans les zones saines et dégradées. Dans ce sens, dans la Figure 89, l'évolution du module d'Young est présentée en fonction de la distance par rapport au bord de l'échantillon (de la zone dégradée vers la zone saine).

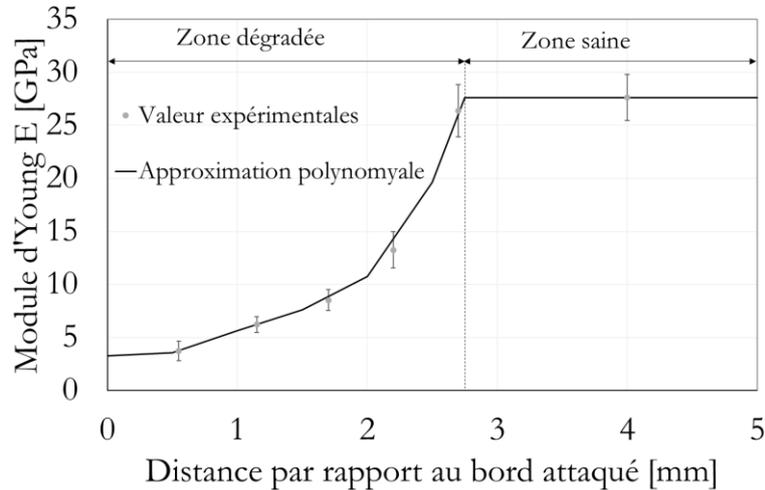


Figure 89 Évolution des E mesurés par micro indentation dans la zone dégradée

Dans cette figure, l'évolution du module d'Young dans la zone dégradée a été approximée par régression polynomiale à partir des valeurs expérimentales, tandis que dans la zone saine, le module d'Young a été considéré constant, égal à la valeur moyenne.

En analysant l'évolution du module d'Young dans la zone dégradée en fonction de la distance par rapport au bord attaqué, on observe qu'elle est monotone avec pente croissante. Le module d'Young présente une croissance plus douce dans la proximité du bord attaque, mais qui s'accélère à l'approche de la zone saine. Une pareille évolution est présentée par (Camps, 2008) qui évoque des résultats obtenus par Danèse (1996).

Sur la même figure, l'observation de l'allure générale des valeurs expérimentales peut renseigner sur la représentativité des mesures. L'évolution des modules d'Young mesurés dans la zone dégradée est lisse et présente une tendance claire, malgré le nombre réduit de lignes d'indentation. Ces deux aspects évoqués, la dispersion assez réduite et la tendance claire des valeurs donnent ainsi une indication de la bonne représentativité de la mesure effectuée.

Donc, suite à la détermination de l'évolution du module d'Young dans la pâte dégradée, une comparaison peut être faite avec les résultats des deux autres observations effectuées à l'échelle de la microstructure. Dans ce sens, la Figure 90 présente, sur le même graphique, l'évolution du niveau de gris, du rapport molaire Ca/Si et du module d'Young dans la zone saine et dégradée de la pâte.

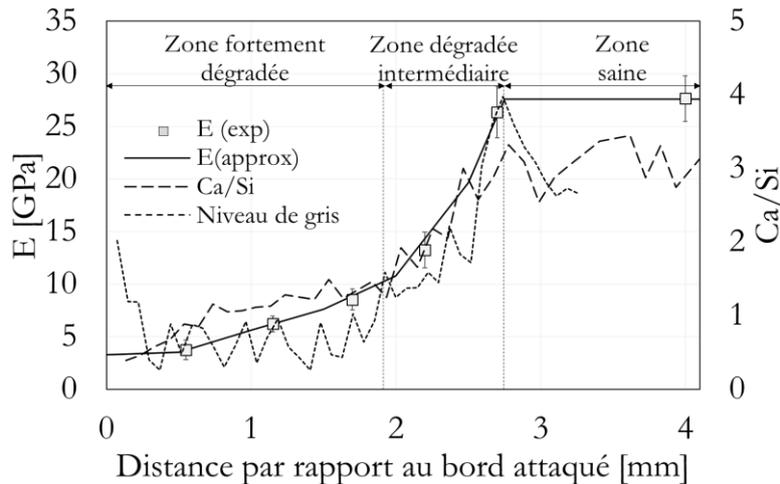


Figure 90 Représentation comparative de l'évolution du niveau de gris, du module d'élasticité et du rapport Ca/Si dans la zone dégradée

Dans cette figure, on observe une similitude évidente des allures des courbes et de leur positionnement, indiquant ainsi la corrélation des trois grandeurs mesurées, le module d'Young, le rapport molaire Ca/Si et le niveau de gris. Cela signifie que la perte de rigidité est proportionnelle à la décalcification et elle se reflète sur le niveau de gris de la zone étudié.

Cette observation est en accord avec d'autres résultats présentés dans la littérature. L'existence d'une relation entre le rapport Ca/Si de la pâte lixiviée et le module d'Young a été montré par Gerard et al. (1996). Au regard des méthodes d'observation optiques, elles ont été utilisées pour localiser les fronts de lixiviation par différents auteurs (Adenot, 1992; Kamali et al., 2008) pour des pâtes obtenues avec des différents types de ciment. Dans ce cadre, l'observation de la corrélation entre mesures optiques, chimiques et mécaniques peut ouvrir la perspective d'employer des mesures optiques pour estimer l'évolution des grandeurs chimiques et mécaniques dans la zone dégradée. Cette perspective pourrait avoir une utilité importante, car elle permettrait l'estimation des grandeurs dont les mesures directes sont laborieuses par une méthode dont la réalisation est plus simple.

La corrélation des trois grandeurs évoquées confirme aussi l'existence d'une zone dégradée intermédiaire et d'une zone fortement dégradée pour la pâte de ciment, pour un seul niveau de dégradation (4 jours de lixiviation et taux de dégradation de 56%). En effet, l'existence de ces deux sous-zones dégradées est observée pour tous les échantillons à travers les distributions des niveaux de gris (Figure 73 et Figure 77). De manière analogue, la corrélation entre le module d'Young, le rapport molaire Ca/Si et le niveau de gris peut être supposée pour tous les échantillons y compris les composites, au niveau de l'ITZ. Cela a comme conséquence que la zone dégradée est formée par une zone intermédiaire et une zone fortement dégradée.

Malgré l'existence des zones dégradées intermédiaire et des zones fortement dégradées dans la pâte et dans l'ITZ, l'effet de la lixiviation sur la rigidité risque d'être plus prononcé sur la liaison pâte/granulat que sur la pâte. Globalement, la valeur moyenne du module d'Young mesurée dans la zone dégradée de la pâte est environ 60% de la valeur obtenue dans la zone saine. Dans la zone fortement dégradée, cette même valeur moyenne du module d'Young représente seulement environ 20% de celle obtenue dans la zone saine. Au niveau de l'ITZ, ces valeurs résiduelles peuvent être inférieures, à cause de l'augmentation supérieure de la porosité générée par la dissolution importante.

#### 4.2.4. Conclusion

Les observations à l'échelle de la microstructure ont été utilisées afin de déterminer la cinétique de dégradation, l'état de dissolution chimique de la pâte et de l'ITZ, ainsi que l'évolution des propriétés chimiques et mécaniques dans la zone dégradée.

La mesure de la cinétique de dégradation a été réalisée suite à l'analyse des niveaux de gris dans la zone dégradée de l'ITZ et de la pâte de ciment. L'évolution de l'épaisseur dégradée de la pâte est proportionnelle à la racine carrée du temps. Au début, l'évolution de l'épaisseur dégradée de l'interface suit une tendance similaire. A partir d'un seuil critique (qui correspond à un taux de dégradation de 40%), la cinétique de dégradation de l'interface s'accélère légèrement.

La caractérisation de la dégradation chimique dans l'ITZ et dans la pâte de ciment a été réalisée par EDS-MEB pour une seule durée de dégradation – 4 jours (taux de dégradation de 56%). A l'état sain, l'existence d'une zone qui correspond à l'ITZ a été révélée. Cette zone, qui se trouve dans la proximité du granulat, a une épaisseur d'approximativement 15  $\mu\text{m}$  et une composition chimique différente. Suite à la délimitation de l'ITZ, l'évolution de la dissolution a été étudiée dans la zone dégradée de l'ITZ et du cœur de la pâte de ciment. Malgré le fait que la différence entre l'épaisseur dégradée de l'ITZ et de la pâte est réduite, la différence en termes de dissolution est importante. L'ITZ riche en portlandite subit une dissolution sensiblement plus grande que le cœur de la pâte de ciment. Dans la partie dégradée, les rapports Ca/Si sont similaires dans l'ITZ et dans la pâte de ciment du fait de l'existence des mêmes produits chimiques résiduels. Par conséquent, le fait que dissolution chimique est plus importante au niveau de l'ITZ et donc, au contact avec le granulat, peut avoir des répercussions importantes sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte de ciment/granulat.

La micro indentation a été utilisée pour évaluer l'évolution du module d'Young de la pâte de ciment dans la zone dégradée. Cette méthode a mis en évidence l'existence de deux zones dans la zone dégradée de la pâte où l'évolution du module d'Young est similaire à celle des niveaux de gris et du rapport Ca/Si. L'existence du même genre de sous-zones est estimée au niveau de l'ITZ.

### 4.3. Étude à l'échelle locale des propriétés mécaniques du matériau sain

Dans cette section, on va s'intéresser aux comportements mécaniques des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment/granulat sains. Le comportement mécanique de ces échantillons se traduit par des propriétés mécaniques obtenues à travers des essais mécaniques de traction et cisaillement. En ce qui concerne les essais de cisaillement, ils sont réalisés en deux configurations différents, qui comprennent une géométrie plus simple, parallélépipédique et une autre, plus complexe, en forme de Y inversé. Les résultats obtenus suite aux essais mécaniques évoqués, sur la pâte et sur les composites, sont ensuite comparés en termes de module d'élasticité, contrainte à la rupture et champs de déformation.

Ces essais ont été réalisés à l'aide d'un protocole qui est présenté dans le paragraphe 3.6, développé sur les bases d'un autre déjà existant, mis en place par Jebli (2016). Grâce au caractère relativement innovant de l'approche, une attention particulière a été concentré sur la mise au point de protocole. Dans ce sens, la mise en forme des dispositifs d'essai ainsi que celle de l'adaptation de la méthode d'observation dar CIN ont occupé une partie importante du volume de travail.

Dans le cadre de ce protocole expérimental, un des objectifs a été d'obtenir une représentativité suffisante des résultats. Dans ce sens, les essais de traction et de cisaillement dans la configuration en Y inversé ont été effectués sur 10 échantillons différents pour chaque type d'échantillon (pâte et composite coulés avec 2 orientations différentes). En effet, l'utilité de la réalisation de minimum 10 échantillons pour chaque type d'essai différent a été indiqué par Lhonneur et al. (2019). Ils ont montré que ce nombre d'essais était nécessaire pour obtenir une valeur moyenne représentative de la force à la rupture dans l'essai de traction. En ce qui concerne les échantillons en Y inversé, le même nombre d'essais a été réalisé afin de permettre la comparaison des résultats avec ceux obtenus par l'essai de traction. En revanche, les essais de cisaillement dans la configuration parallélépipédique ont été réalisés sur 3 échantillons de chaque type, car à travers cet essai est envisagée seulement une observation générale des propriétés mécaniques.

#### 4.3.1. Traction

Concernant les essais de traction, les courbes contrainte/déformation des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment/ granulat ont été tracées afin de permettre l'accès au module d'Young et aux contraintes à a rupture.

Quant à la contrainte  $\sigma_T$ , elle représente une contrainte globale moyenne, qui a été calculée avec la formule :

$$\sigma_T = \frac{F}{A} \quad (4.4)$$

Où  $F$  représente la force de traction appliquée à l'échantillon et  $A$  l'aire de la section transversale.

La déformation moyenne suivant la direction de la traction a été calculée à partir des mesures de CIN, conformément à la procédure présentée dans le paragraphe 3.6.3, suivant la formule :

$$\varepsilon_{yy} = \frac{1}{S_{ZI}} * \iint_{-ZI/2}^{ZI/2} \varepsilon_{yy}(i,j) dx dy \quad (4.5)$$

Où  $\varepsilon_{yy}$  représente la déformation longitudinale moyenne de la zone d'intérêt à un instant donné.  $\varepsilon_{yy}(i,j)$  représente la déformation longitudinale ponctuelle mesurée en chaque nœud du maillage

de la zone d'intérêt définie dans la partie centrale de la face observée. La taille et l'emplacement des zones d'intérêt pour le calcul des déformations moyennes sont présentés dans la Figure 58.

En calculant les contraintes et les déformations de cette manière, les courbes brutes obtenues présentent un bruit important à cause de la difficulté de détecter les déformations qui sont très petites. Par conséquent, une approximation linéaire a été réalisée sur chaque courbe afin de pouvoir calculer le module d'Young. Afin d'étudier l'effet de l'orientation du coulage sur l'adhésion pâte/granulat, l'essai de traction est réalisé sur des échantillons fabriqués avec deux orientations du coulage : verticale et horizontale. La Figure 91 montre des exemples de courbe contrainte / déformation lors d'un essai de traction sur la pâte de ciment (a) et sur des composites (b) à 40 jours d'hydratation. Ces courbes ont été obtenues par régression linéaire à partir des courbes brutes générées par les points expérimentaux.

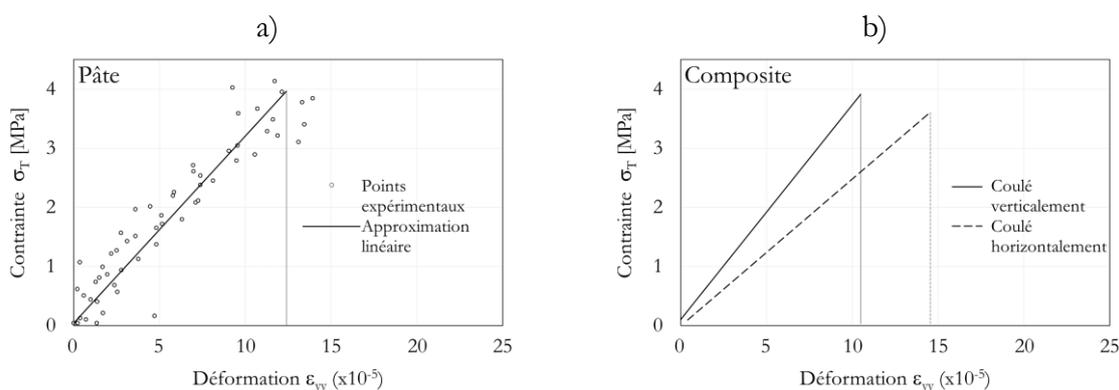


Figure 91 Courbe contrainte/déformation de la pâte (a) et des composites (b)

Du fait d'un matériau fragile et d'un comportement très dynamique à l'approche de la rupture, la caméra (haute résolution et faible cadence de prise d'image) utilisée pour la mesure ne permettait pas d'observer le comportement post-pic. La partie post-pic a été donc approximée à partir des courbes force/déplacement de la machine de traction qui indiquent une rupture fragile. Par conséquent, sur les courbes, elle a été représentée par une ligne verticale plus fine.

En ce qui concerne les composites, on observe généralement, comme il peut être vu aussi dans la Figure 91 b, que les composites coulés horizontalement sont moins rigides et moins résistants que les composites coulés verticalement. En effet, l'adhésion entre la pâte et le granulat est meilleure dans le cas des composites coulés verticalement que dans le cas des composites coulés horizontalement. Cette différence peut être justifiée par un effet similaire au ressuage rencontré dans le béton réel. Dans le cas du composite coulé verticalement, l'orientation du sens de coulage par rapport à l'interface favorise le dépôt des grains de ciment à l'interface par effet gravitationnel. En revanche, dans le cas du composite coulé horizontalement, l'effet gravitationnelle moins important génère une amplification de l'effet de paroi, ayant comme conséquence la formation d'une quantité inférieure de d'hydrates.

Pour ce qui est des contraintes à la rupture  $\sigma_{rT}$ , les valeurs moyennes et les dispersions sont représentées dans la Figure 92. On observe d'abord sur cette figure des valeurs quasi égales pour la pâte de ciment et pour le composite coulé verticalement. Cela s'explique par le fait que sur les composites coulés verticalement, dans 90% des cas, la rupture s'est produite dans la pâte. En revanche, les échantillons composites coulés horizontalement présentent des ruptures à l'interface dans l'intégralité des cas. Leur contrainte moyenne à la rupture est de 3.4 MPa, inférieure donc à celle des échantillons en pâte et à celle des composites coulés verticalement.

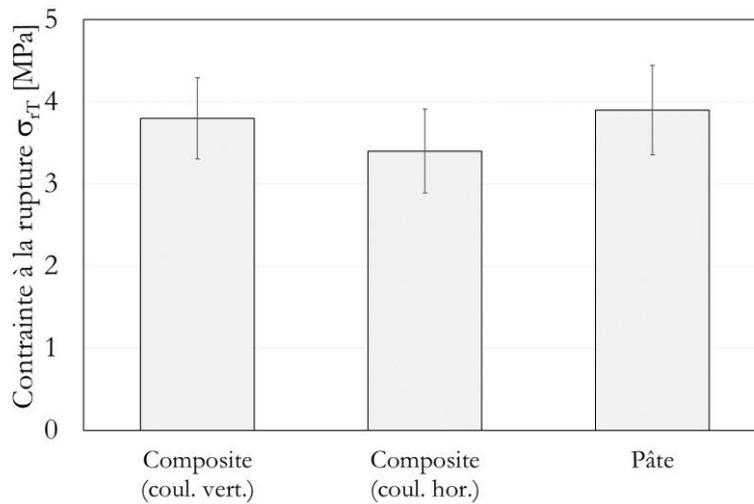


Figure 92 Contraintes à la rupture des échantillons en pâte et composites

A partir des courbes contrainte/déformation des échantillons, le module d'Young et la contrainte à la rupture ont été calculés. En ce qui concerne le module d'Young, il a été calculé sur la partie linéaire des courbes. Les indicateurs statistiques des modules d'Young et des contraintes à la rupture des échantillons sont présentés dans la Figure 93.

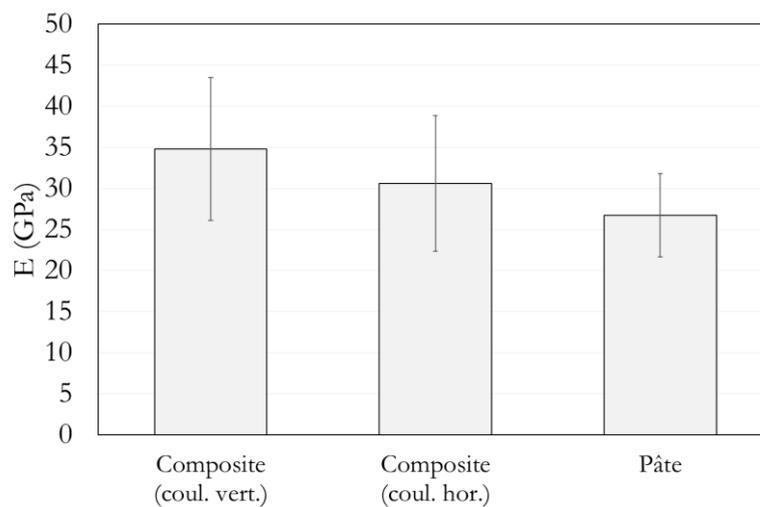


Figure 93 Modules d'Young des échantillons composites et en pâte de ciment

En termes de modules d'Young, la valeur moyenne obtenue sur la pâte, 26,7 GPa, révèle un bon accord avec une autre valeur obtenue dans la littérature – 25 GPa sur un matériau similaire (CEM I, e/c 0,4) par Haecker et al. (Haecker et al., 2005). En ce qui concerne les modules d'Young des composites, on observe qu'ils sont supérieurs à celui de la pâte. Cet aspect s'explique par le fait que la zone de calcul des déformations sur les échantillons composites inclue une moitié granulat. Ce granulat est plus rigide par rapport à la pâte de ciment, possédant un module d'Young moyenne de 60 GPa, mesurée par Jebli (2016)

Relatif à la dispersion, on observe des coefficients de variation des modules d'Young assez élevés. La dispersion des résultats peut être expliquée par la difficulté de mesure des très petites déformations, qui se trouvent proche de la limite de détection de la méthode. La précision de la mesure peut être affectée par des facteurs extérieurs liés à la mise en place (distribution spatiale du mouchetis, défaut d'aplomb de l'échantillon, non uniformité du collage). De plus, dans le cas des

composites, le coefficient de variation des modules d'Young supérieurs par rapport à la pâte est lié à la dispersion supplémentaire apportée par le granulat dans le système.

En comparant les modules d'Young de la pâte avec ceux des composites, obtenus par cet essai, une prise en compte de l'influence de l'ITZ sur la rigidité de la liaison pâte/granulat n'est pas possible directement. En effet, l'estimation de cette influence de l'ITZ nécessiterait une référence de la même nature que la liaison pâte/granulat par rapport à laquelle l'évaluer. Le choix de cette référence s'est donc porté vers un composite hypothétique idéal, contenant une liaison pâte/granulat parfaite. Afin de modéliser cette liaison parfaite, les deux parties adjacentes, pâte et granulat, ont été représentés par deux ressorts élastiques liés en série, dont la raideur totale est égale à celle d'un ressort équivalent (Figure 94).

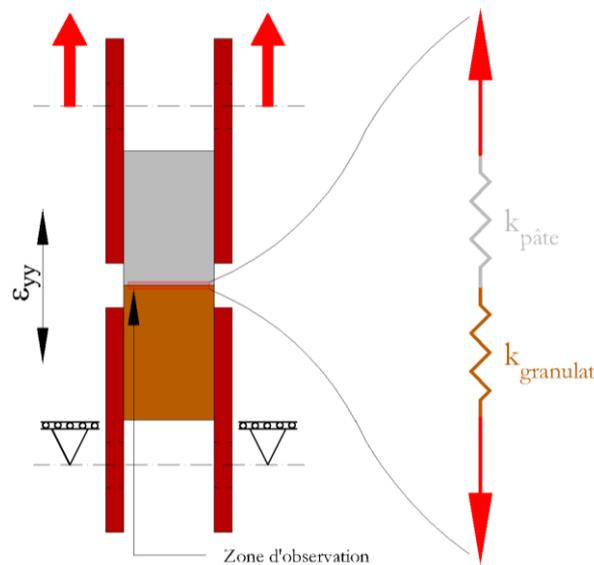


Figure 94 Modélisation du contact parfait entre la pâte de ciment et le granulat par deux ressorts liés en série

La loi de comportement du ressort équivalent est :

$$F = K_{eq} * \Delta l \quad (4.6)$$

Où  $F$  est la force de traction appliquée,  $K_{eq}$  est la raideur du ressort équivalent et  $\Delta l$  est l'allongement total de la zone étudiée.

Les ressorts étant liés en série, la force appliquée aux deux parties est égale à la force totale. En revanche, l'allongement total est égal à la somme des allongements des deux parties composantes : pâte et granulat.

La raideur de chaque composante est calculée avec la formule :

$$K_i = \frac{E_i}{L_i} * S \quad (4.7)$$

Où  $K_i$  est la raideur d'une composante individuelle, soit la pâte, soit le granulat, et  $E_i$  est son module d'Young, tandis que  $S$  est l'aire de la section transversale carrée, qui est égale à  $100 \text{ mm}^2$  dans notre cas.  $L_i$  est la longueur d'un ressort individuel d'une composante (la pâte ou au granulat). Cette

longueur correspond à la moitié de la zone de calcul, qui est égale à 375 μm dans notre cas (Figure 94).

Donc, l'allongement  $\Delta l_i$  de chaque partie est égale à :

$$\Delta l_i = \frac{F}{K_i} = \frac{F * L_i}{E_i * S} \quad (4.8)$$

En remplaçant les allongements individuels dans l'équation du ressort équivalent on obtient la relation pour le module d'élasticité équivalent du composite  $E_{eq}$ :

$$E_{eq} = \frac{2}{\frac{1}{E_p} + \frac{1}{E_g}} \quad (4.9)$$

Où  $E_p$  et  $E_g$  sont respectivement les modules d'Young de la pâte et du granulat mesurés expérimentalement ( $E_p = 26,7$  GPa,  $E_g = 60$  GPa).

La Figure 95 permet ainsi une visualisation comparative des valeurs des modules d'Young des composites mesurés expérimentalement et la valeur du module du composite idéal avec une liaison parfaite.

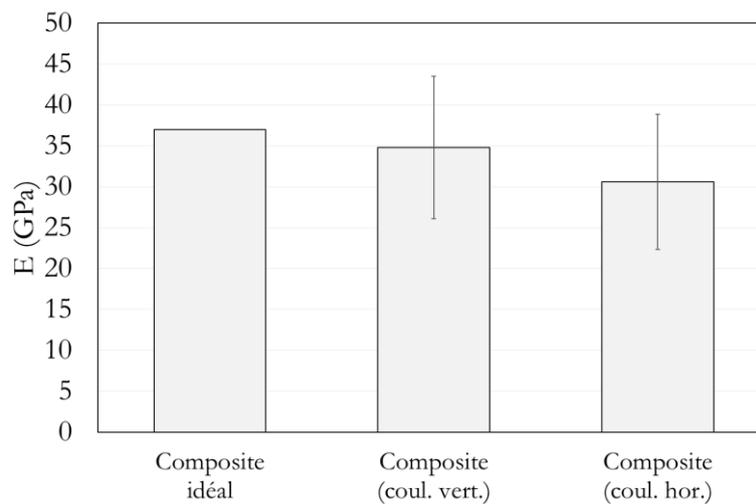


Figure 95 Modules d'Young des composites, de la pâte et du granulat

En comparant le module d'Young moyen mesuré sur les composites avec celui du composite idéal avec une liaison pâte/granulat parfaite, on observe que les modules mesurés expérimentalement sont inférieurs au cas idéal. Les modules d'Young des échantillons composites coulés verticalement et horizontalement valent respectivement 94% et 83% de la valeur théorique correspondante au composite idéal. Cela indique une liaison pâte/granulat imparfaite, du fait de l'existence de l'ITZ, observation qui est cohérente avec les résultats d'autres ouvrages dans la littérature. Ces ouvrages ont déduit cet aspect lors des essais mécaniques du béton à l'échelle du VER, dont l'interprétation a révélé l'effet assouplissant de l'ITZ sur la rigidité de la liaison pâte/granulat (Hashin and Monteiro, 2002; Nilsen and Monteiro, 1993).

Ensuite, suivant la mesure des propriétés mécaniques des échantillons, afin d'analyser l'état de déformation des échantillons, les champs de déformations des échantillons en pâte de ciment et composite pâte de ciment / granulat ont été illustrés dans la Figure 96. Les champs présentés sont calculés avant la rupture.

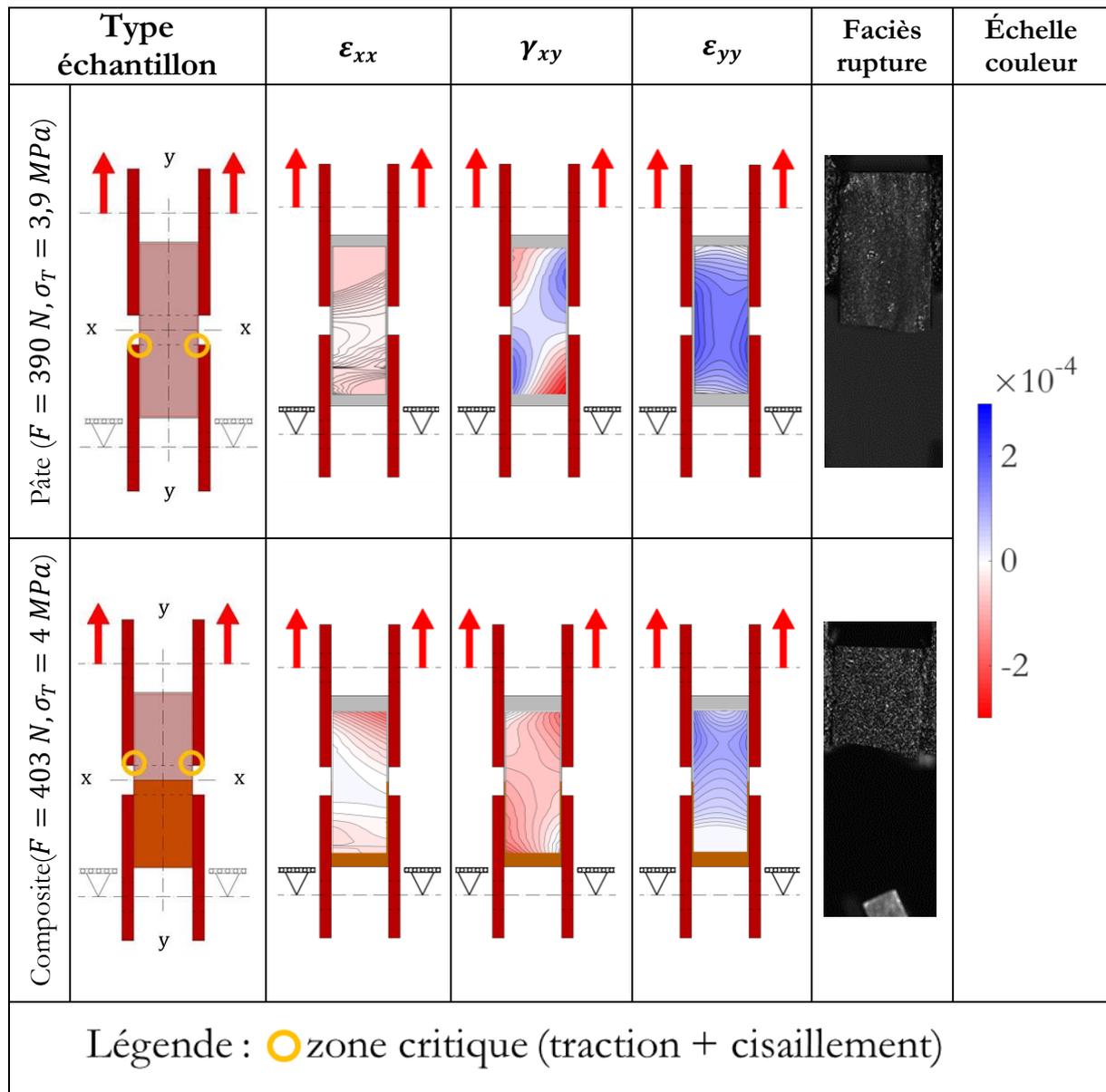


Figure 96 Champs de déformation des échantillons en pâte et des composites

Sur l'échantillon en pâte de ciment, on observe que globalement la zone la plus déformée en traction suivant la direction longitudinale ( $\epsilon_{yy}$ ) se trouve au centre de l'échantillon. Ensuite, en allant vers les bords supérieur et inférieur les déformations de traction deviennent de moins en moins importantes. Les déformations tangentielles ( $\gamma_{xy}$ ) importantes au niveau du contact avec les plaques de chargement sont justifiées par l'application du chargement à ce niveau-là. La rupture se produit à la jonction des plaques avec l'échantillon, à cause de l'association entre la traction et le cisaillement. Les valeurs des déformations horizontales ( $\epsilon_{xx}$ ) sont réduites par rapport aux déformations longitudinales et leur effet est négligeable.

Dans le cas des composites, les champs de déformation obtenus présentent une zone plus déformée au niveau de la pâte et une zone moins déformée au niveau des granulats. Cela est essentiellement une conséquence de la rigidité supérieure du granulat par rapport à la pâte de ciment. Des concentrations de déformations longitudinales  $\epsilon_{yy}$  sont remarquées dans la pâte de ciment au niveau des collages et sont couplées avec des déformations de cisaillement  $\gamma_{xy}$  importantes. Cette zone de déformation correspond à l'endroit où la rupture se produit pour des

échantillons composites coulés verticalement et coïncide à l'endroit où la rupture se produit pour les échantillons en pâte.

A part ces aspects, les champs de déformations sont continus au niveau de l'interface, parce que le maillage utilisé ne permet pas de distinguer nettement la zone inter faciale. La taille de la maille (375  $\mu\text{m}$ ) étant nettement supérieure à la taille de l'ITZ (15  $\mu\text{m}$ ), les éventuelles concentrations de déformations au niveau des ITZ ne sont pas visibles.

En ce qui concerne les échantillons composites coulés horizontalement, l'allure des champs de déformation est similaire à celles des composites coulés verticalement même si la fragilité de la liaison pâte/granulat favorise une rupture à l'interface. De nouveau, les éventuelles concentrations de déformations qui apparaissent à dans la zone inter faciale ne sont pas visibles.

#### **4.3.1.1. Conclusion**

Les essais de traction sur la pâte de ciment et le composite ont permis une comparaison en termes de module d'Young et de contrainte à la rupture. Un comportement mécanique fragile est observé pour les deux types d'échantillons.

La comparaison expérimentale de module d'Young des composites avec celui théorique dans le cas d'une liaison parfaite permet de mettre en avant l'influence de la présence de l'ITZ. Le module d'Young des composites réels est inférieur à celui correspondant au cas idéal d'une liaison parfaite. Cette observation est en accord avec l'idée générale déduite à l'échelle macroscopique que l'imperfection de la liaison pâte/granulat a un effet négatif sur le module d'Young global du béton (Lee and Park, 2008; Sun et al., 2007).

En termes de contrainte à la rupture, une fragilité plus importante de la liaison pâte/granulat a été remarquée sur les échantillons composites coulés horizontalement. Dans ce cas, les composites présentent des ruptures à l'interface. On note également que les contraintes à la rupture des composites obtenues dans la présente étude sont supérieures à celles obtenues dans d'autres études qui ont utilisées des formulations similaires (Nguyen, 2013; Yuan and Odler, 1987; Zimbelman, 1985). Cette différence peut s'expliquer par le choix du protocole de fabrication qui favorise un lien pâte/granulat fort, ainsi que par l'effet d'échelle généré par les dimensions inférieures des échantillons utilisés dans la présente étude par rapport aux autres.

Une différence visible de module d'élasticité et contrainte à la rupture a été remarquée entre les composites coulés verticalement et les composites coulés horizontalement suite à une phénoménologie similaire au ressuage rencontré dans le béton réel.

#### **4.3.2. Cisaillement sur échantillons parallélépipédiques**

En ce qui concerne les essais de cisaillement sur des échantillons parallélépipédiques, à l'instar des essais de traction, ils ont été réalisés afin de déterminer les propriétés mécaniques et d'observer les champs de déformations. Les propriétés mécaniques des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment/granulat ont été obtenus à partir des courbes contrainte/déformation moyennes.

Le dispositif d'essai, qui a été présenté dans le paragraphe 3.6.3, est schématisé dans la Figure 97, pour mettre en évidence les conditions aux limites générées par le système d'appui et chargement. Ce système est formé par les deux demi boîtes qui encastrent l'échantillon des deux côtés et assurent son cisaillement dans la partie centrale suite à la translation verticale d'une demi boîte.

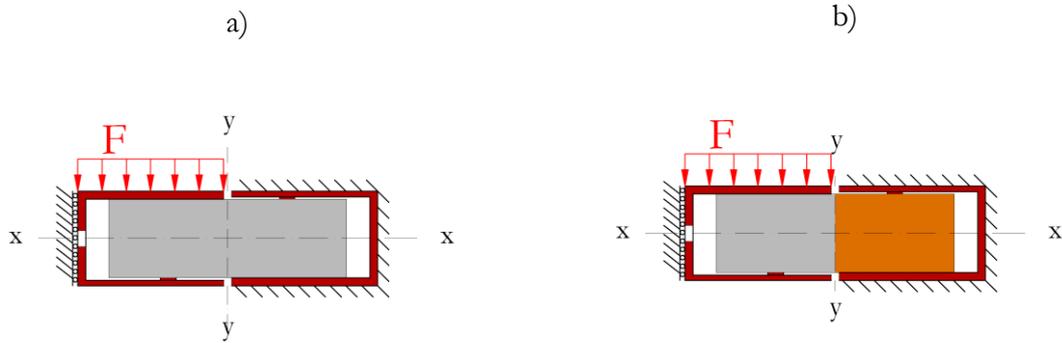


Figure 97 Schéma statique pour l'essai de cisaillement (section transversale dans le plan médian)

Afin de pouvoir tracer les courbes contrainte/déformation, les contraintes moyennes de cisaillement  $\tau_c$  et la déformation globale de cisaillement  $\gamma_{xy}$  ont été calculés.

La contrainte nominale de cisaillement  $\tau_c$  a été calculée avec la formule :

$$\tau_c = \frac{F}{A} \quad (4.10)$$

Où  $F$  est la force à la rupture et  $A$  est l'aire de la section transversale sollicitée. On mentionne qu'en réalité, puisque l'on exerce une sollicitation de cisaillement, cette aire varie pendant l'essai. Pourtant, du fait que l'échantillon se trouve dans le domaine des très petites déformations, cette variation est insignifiante et par conséquent, l'aire  $A$  peut être considérée constante.

La déformation moyenne de cisaillement  $\gamma_{xy}$  a été calculée, à partir des mesures de CIN, dans la zone d'intérêt suivant la relation :

$$\gamma_{xy} = \frac{2}{S_{ZI}} * \iint_{-ZI/2}^{ZI/2} \varepsilon_{xy}(i, j) dx dy \quad (4.11)$$

Où  $S_{ZI}$  représente la surface de la zone d'intérêt où le calcul de déformation a été fait, et  $\varepsilon_{xy}$  représente les déformations tangentielles ponctuelles calculées à l'intérieur de la zone d'intérêt. La taille et l'emplacement de la zone d'intérêt pour le calcul des déformations sont exposés dans la Figure 69. Cette zone d'intérêt se trouve dans la partie centrale des échantillons, où le cisaillement représente la sollicitation prédominante.

Dans la Figure 98, les courbes contrainte/déformation des échantillons en pâte de ciment et des composites coulés horizontalement sont présentées. Ces courbes sont obtenues suite à une approximation des courbes brutes, comme dans le cas des essais de traction (paragraphe 4.3.1) et sont composées d'une partie linéaire qui précède la rupture fragile.

Dans le cas des composites coulés verticalement, les courbes contrainte/déformation n'ont pas pu être approximées à cause du bruit trop important. Cela est probablement une conséquence de la difficulté rencontrée dans la mesure des déformations ponctuelles, très petites et variables, dans la zone concernée.

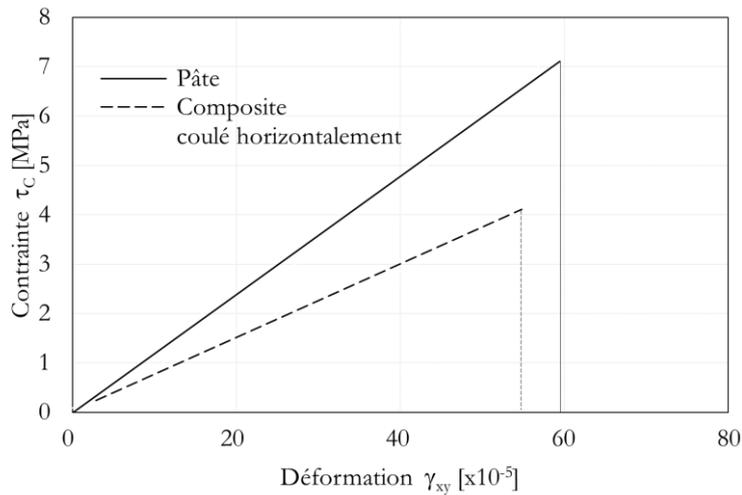


Figure 98 Courbes contrainte déformation des échantillons en pâte de ciment et composites parallélépipédiques en cisaillement

Une fois les courbes contrainte/déformation tracées, une comparaison a pu être faite entre les échantillons en pâte et les composites en termes de module de cisaillement  $G$  et contrainte à la rupture  $\tau_{Cr}$ . En l'absence des courbes contrainte/déformation des échantillons composites coulés verticalement, pour ces derniers, seulement les contraintes à la rupture ont été comptabilisées. Les valeurs des contraintes à la rupture et du module de cisaillement obtenues sont indiquées dans la Figure 99.

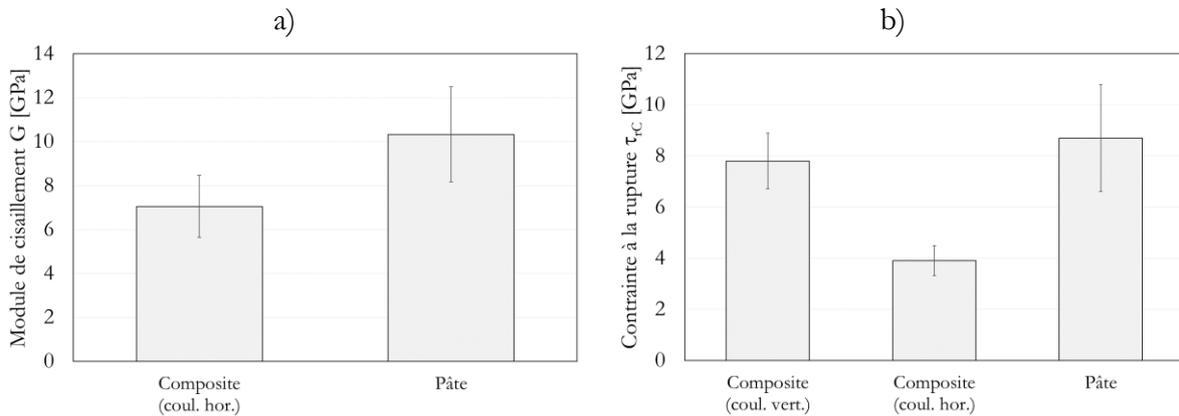


Figure 99 Valeurs des modules de cisaillement et de la contrainte à la rupture des échantillons prismatiques en pâte et composites

Dans ce tableau, on remarque que la contrainte à la rupture des échantillons en pâte est supérieure à celle des composites, qui présentent des ruptures à l'interface. Ce fait souligne la fragilité de la liaison pâte/granulat. La contrainte à la rupture des composites coulés verticalement est le double de celle des composites coulés horizontalement à cause d'une liaison pâte/granulat plus forte. Cela est une conséquence du sens de coulage des échantillons qui génère deux manières différentes de dépôt de la pâte fraîche au contact avec le granulats. Dans le cas du composite coulé verticalement, à cet endroit, le dépôt de grains de ciment anhydre est favorisé et assure probablement une quantité plus importante d'hydrates. Ce n'est plus le cas pour le composite coulé horizontalement, pour lequel le dépôt gravitationnel sur la surface du granulats n'est pas possible, et donc un film d'eau peut occuper la porosité créée par l'effet de paroi. Ce serait ainsi un effet similaire au ressuage dans le béton réel.

En ce qui concerne les contraintes à la rupture des échantillons en pâte, on observe une dispersion assez importante. Cela est une conséquence de l'influence des certaines dysmétries des conditions d'appui et concentrations de contraintes qui génèrent des faciès de rupture légèrement inclinés entre les points de contact avec le bâti (Figure 100). Sur les échantillons composites, cet aspect a moins de conséquences sur la dispersion des contraintes à la rupture, car la rupture se produit à l'interface pâte/granulat, à cause de la fragilité de la liaison pâte granulat. En réalité, le fait que malgré l'influence de certains efforts secondaires sur la rupture des échantillons en pâte, leur contrainte à la rupture reste supérieure à celles des composites, met en lumière encore une fois la fragilité de la liaison pâte/granulat.

Au regard du module de cisaillement du composite, celui-là est visiblement inférieur à celui de la pâte, même s'il englobe une partie granulat. Donc, dans le cas de ce type de composite, l'imperfection de la liaison pâte/granulat est évidente. En ce qui concerne la dispersion des valeurs, elle est mise en avant par des coefficients de variation assez élevés (environ 20%) qui peuvent être imputés à la difficulté de la mesure des déformations très petites qui s'approchent des limites de la méthode.

Par la suite, après l'analyse des propriétés mécaniques des échantillons, les champs de déformations sont observés afin d'analyser l'état de déformation des échantillons en pâte de ciment et composites. La Figure 100 illustre les champs de déformation d'un échantillon en pâte de ciment et un échantillon composite coulé horizontalement. Ces champs de déformation ont été calculés à l'instant avant la rupture.

D'après la Figure 100, les champs de déformation des échantillons en pâte de ciment révèlent un état de déformation complexe, mais qui est dominé par la déformation de cisaillement  $\gamma_{xy}$ . Notamment dans la zone utile entre les mors,  $\gamma_{xy}$  est supérieur à l'étirement horizontal  $\epsilon_{xx}$ . Cependant, on observe que sur le faciès de rupture, une influence de l'étirement  $\epsilon_{xx}$ , qui peut provenir partiellement de la légère inclinaison du plan de cisaillement entre les points de contact avec le bâti. En outre, l'étirement  $\epsilon_{xx}$  sur le faciès de rupture peut provenir d'un certain effet de dilatance qui se produit probablement à cause d'une microfissuration dans le milieu granulaire cohésive de la microstructure. On peut donc en déduire à partir de ces observations que la rupture arrive suite à un cisaillement composé.

Au regard des champs de déformation du composite, comme pour la pâte, l'état de déformation est complexe, avec un maximum pour la déformation de cisaillement  $\gamma_{xy}$ , mais avec des valeurs significatives pour l'étirement horizontal  $\epsilon_{xx}$  et le raccourcissement vertical  $\epsilon_{yy}$ . Néanmoins, au niveau de l'interface pâte/granulat,  $\gamma_{xy}$  est nettement plus grande que l'étirement horizontal. Malgré le fait que les valeurs maximales des déformations sont observées dans le cœur de la pâte, au niveau des points d'appui, la rupture arrive à l'interface qui est la zone la plus fragile de l'ensemble. Cette zone est fortement déformée en cisaillement, l'étirement horizontal étant moins important qu'au niveau du faciès de rupture de la pâte. En ce qui concerne l'allure du champ de déformation à l'interface, des éventuelles concentrations de déformations générées par la souplesse de l'ITZ, bien que très probables, ne sont pas visibles à cause du maillage large. Également, le même genre d'observation avait été faite sur les champs de déformation des composites en traction (paragraphe 4.3.1).

Type d'échantillon	Pâte (F=790 N)	Composite (F=390N)	Echelle de couleur
$\epsilon_{xx}$	<p><math>min = -5,8 \cdot 10^{-4}</math> <math>max = 8,8 \cdot 10^{-4}</math></p>	<p><math>min = -1,4 \cdot 10^{-4}</math> <math>max = 8,8 \cdot 10^{-4}</math></p>	<p><math>\times 10^{-3}</math></p> <p>2</p> <p>1</p> <p>0</p> <p>-1</p> <p>-2</p>
$\gamma_{xy}$	<p><math>min = -12 \cdot 10^{-4}</math> <math>max = 24 \cdot 10^{-4}</math></p>	<p><math>min = -1,8 \cdot 10^{-4}</math> <math>max = 8,9 \cdot 10^{-4}</math></p>	
$\epsilon_{yy}$	<p><math>min = -12 \cdot 10^{-4}</math> <math>max = 3,2 \cdot 10^{-4}</math></p>	<p><math>min = -8,1 \cdot 10^{-4}</math> <math>max = 1,7 \cdot 10^{-4}</math></p>	

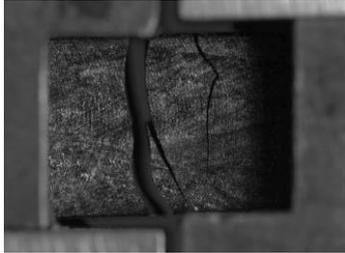
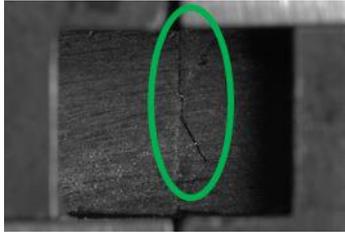
Faciès rupture			
<p><b>Légende</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><span style="color: blue;">○</span> Cisaillement max</li> <li><span style="color: orange;">○</span> Zone critique : cisaillement + traction</li> <li><span style="color: green;">○</span> Zone critique : interface</li> </ul>			

Figure 100 Champs de déformation des échantillons prismatiques en pâte et composite en cisaillement

#### 4.3.2.1. Conclusion

En conclusion, les essais de cisaillement sur des échantillons parallélépipédiques ont permis de mettre en évidence l'effet de l'ITZ sur les propriétés mécaniques des liaisons pâte de ciment/granulat. Cet effet se manifeste par une rigidité et une résistance inférieure de la liaison pâte/granulat. En comparant les composites et la pâte de ciment, on remarque d'abord que les deux types de composites présentent des contraintes à la rupture inférieure à la pâte, à cause de la fragilité de la liaison pâte/granulat. On a observé aussi que les composites coulés horizontalement présentent une contrainte moyenne à la rupture qui vaut approximativement une moitié des celle des composites coulés verticalement, probablement dû à un phénomène similaire au ressuage. De plus, un effet assouplissant de l'ITZ sur la liaison pâte/granulat est révélé sur les échantillons composites coulés horizontalement qui présentent des modules de cisaillement inférieurs à ceux de la pâte.

En effet, ce type d'essai peut être considéré représentatif pour la résistance au cisaillement des composites, car la rupture se produit à l'interface, dans une zone où le cisaillement n'est pas perturbé par une traction parasite significative.

#### 4.3.3. Essai de cisaillement sur échantillons en forme de Y inversé

Ce nouveau type d'essai a été réalisé afin de tester la fiabilité des résultats obtenus suite aux essais de traction et cisaillement sur des échantillons parallélépipédiques. Les résultats des essais sur des échantillons en forme de Y inversé seront comparés avec ceux obtenus sur les échantillons parallélépipédiques en termes de module de cisaillement et contrainte à la rupture.

Le schéma du chargement des échantillons en Y inversé est représenté dans la Figure 101. Il s'agit d'appliquer une charge uniformément répartie dans la partie supérieure sur l'échantillon avec une liaison type appui plan dans la partie inférieure. Les zones situées entre le bloc central et les blocs latéraux sont sollicités en cisaillement (Figure 100). Les déplacements horizontaux selon la direction parallèle à l'axe  $xx$  ne sont pas bloqués, mais sont limités grâce au contact avec le support.

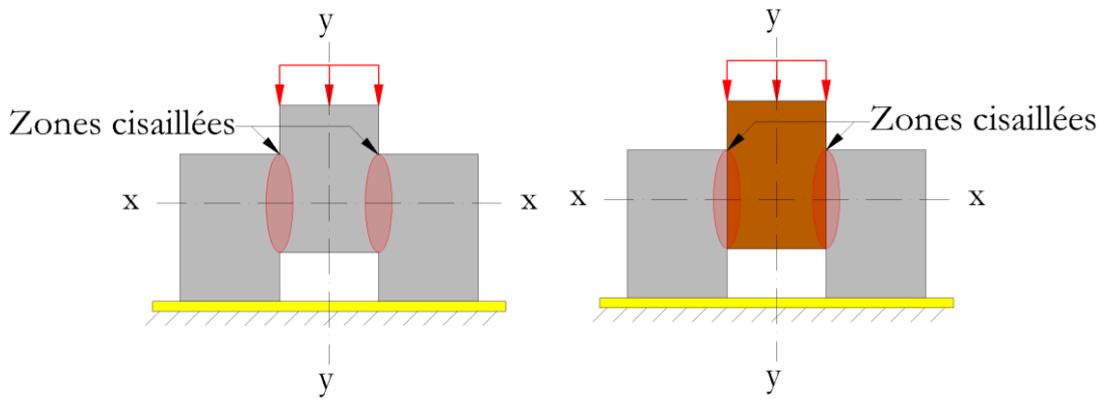


Figure 101 Schéma statique de l'essai sur des échantillons en forme de Y inversé

Les courbes contrainte/déformation des échantillons ont été obtenues d'une manière similaire que pour les échantillons parallélépipédiques. Vu que sur ces échantillons ils existent 2 interfaces, la contrainte  $\tau_c$  des échantillons en Y inversée a été calculée avec la formule :

$$\tau_c = \frac{F}{2A} \quad (4.12)$$

Où  $F$  représente la force de cisaillement appliquée et  $A$  représente l'aire de la section transversale sollicitée en cisaillement. On mentionne que par cette formule, on suppose une répartition égale du cisaillement au deux interfaces pendant l'essai, ce qui n'est pas le cas en réalité. Cependant, en calculant de cette manière la contrainte de cisaillement, on peut accéder aux valeurs moyennes suite à l'analyse de l'ensemble des résultats.

Les déformations moyennes de cisaillement ont été calculées en moyennant les déformations ponctuelles dans la zone d'intérêt comme il a été montré pour les échantillons parallélépipédiques dans le paragraphe 4.3.2. Ces zones ont la même taille que pour les échantillons parallélépipédiques, leur emplacement étant illustré dans la Figure 72.

Après avoir calculé les contraintes et les déformations de cette manière, la Figure 102 présente deux exemples de courbes contrainte/déformation des échantillons en pâte et composites. Elles ont été obtenues par lissage de type « moyennes mobiles ». Cette fois-ci, le lissage a été préféré à la régression linéaire, car les courbes présentent des changements de pente suite à l'apparition des fissures.

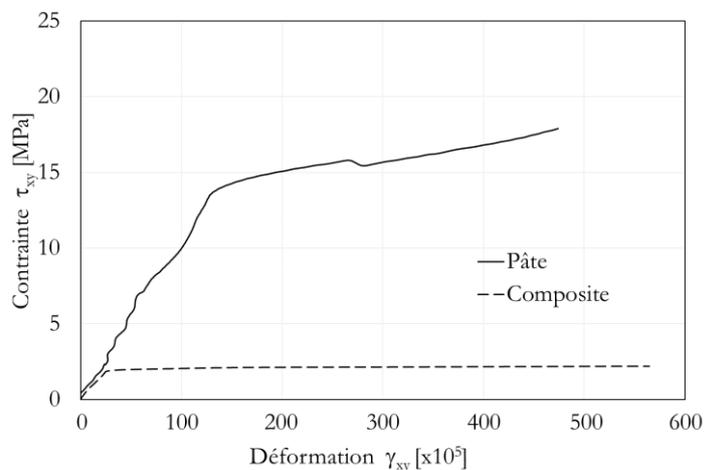


Figure 102 Courbes contrainte/déformation des échantillons en forme de Y inversés

Dans cette figure, on peut observer que les courbes contrainte/déformation se présentent sur une forme approximativement bilinéaire : une partie quasi-linéaire suivie par un changement de pente généré par des fissures qui se développent dans les zones d'intérêt, jusqu'à l'effondrement de l'échantillon. Sur les échantillons en pâte de ciment, la première fissure apparaît dans la partie inférieure de la zone centrale sollicitée principalement en traction (Figure 103 a). Malgré cela, la courbe contrainte/déformation obtenue dans les sections de cisaillement ne subit un changement de pente visible jusqu'à l'apparition des fissures aux frontières avec les zones latérales. En ce moment, la pente de la courbe diminue sensiblement et les fissures se développent jusqu'à la rupture (Figure 104 a).

Sur des échantillons composites, la première fissure apparaît au niveau de l'interface pâte de ciment/granulat dans la zone cisailée. De ce fait, l'ouverture de la fissure présentée dans la Figure 103 b) est inférieure à celle illustré dans la Figure 103 a) sur la pâte, qui est généré par une traction horizontale. La rupture finale se produit dans la zone de frontière entre la partie centrale et les parties latérales (Figure 104 b).

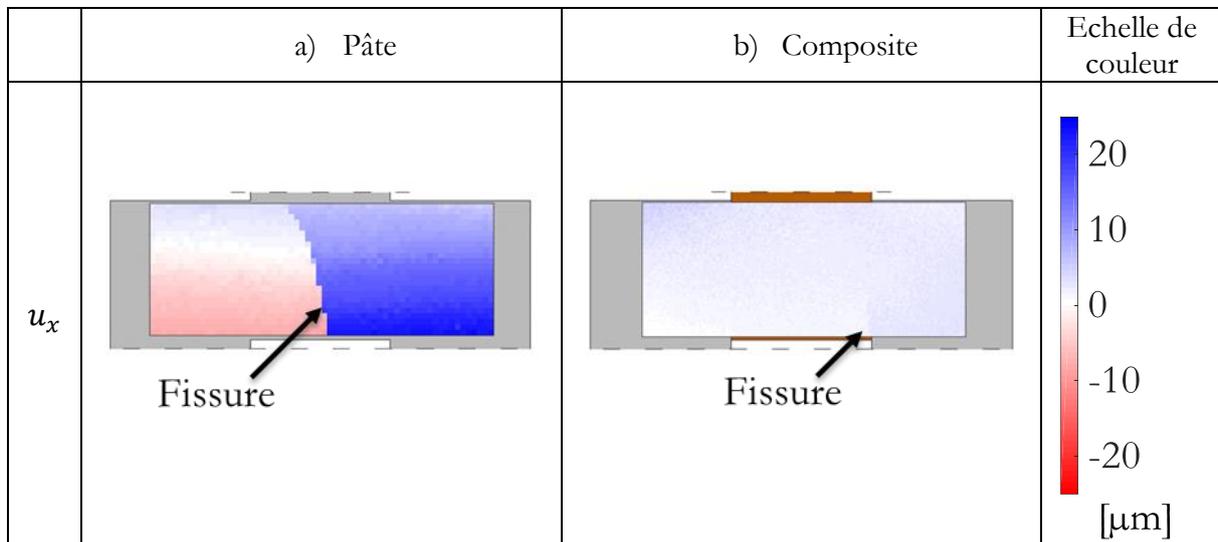


Figure 103 Champs des déplacements au moment de l'apparition de la fissuration sur des échantillons en pâte de ciment (a) et composites (b)

En ce qui concerne les faciès de rupture, on a observé que la rupture des échantillons en pâte et composites se produit sur une des interfaces, celle qui est la plus sollicitée, et non simultanément au niveau des 2 interfaces. Cela est une conséquence de plusieurs types d'imperfections cumulées, qui concerne le parallélisme des surfaces de chargement, l'homogénéité de l'échantillon et le centrage de la charge. De ce fait, une rupture simultanée des deux interfaces est très peu probable. Afin d'améliorer l'uniformité du chargement entre les deux interfaces, soit des dispositifs de chargement articulés peuvent être utilisés pour toutes les 3 surfaces d'appui, soit ces surfaces peuvent être usinées afin d'améliorer leur parallélisme. Pourtant, ces actions sont laborieuses et leurs résultats demeurent inconnus. C'est une des raisons pour lesquelles on a choisi de maintenir cette configuration, d'autant plus qu'elle permet l'accès aux modules d'élasticité moyennes, malgré ces imperfections.

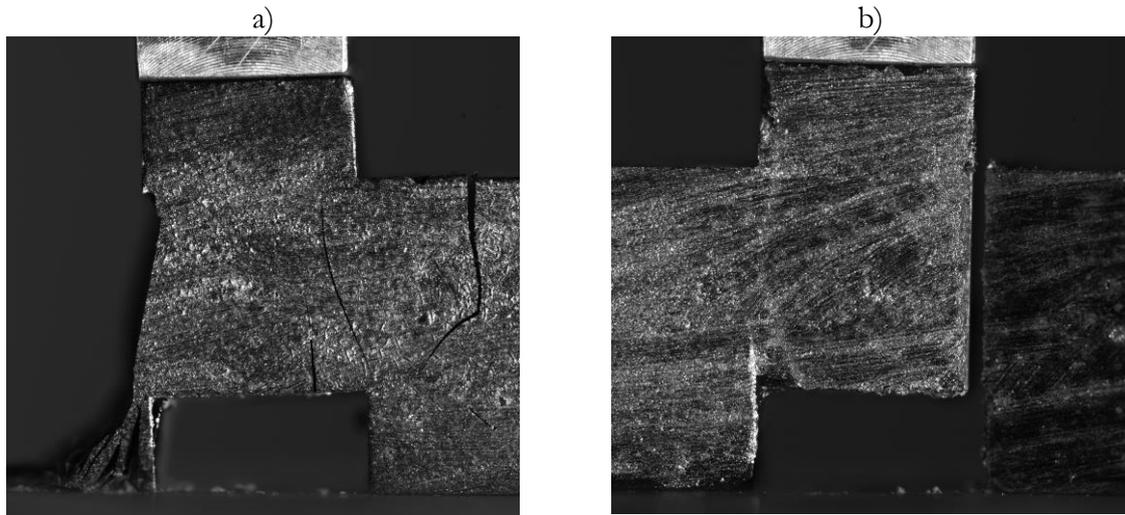


Figure 104 Faciès de rupture des échantillons en forme de Y inversé en pâte de ciment (a) et composite (b)

Donc, suite à l'analyse des courbes contrainte/déformation, les modules de cisaillement ainsi que les contraintes à la rupture des échantillons en pâte de ciment et composites sont présentées dans le Tableau 10.

Type d'échantillon	G		$\tau$	
	Moyenne [Gpa]	Cv (%)	Moyenne [Mpa]	Cv (%)
Pâte	10,01	14%	16	14%
Composite	6,7	18%	2,9	25%

Tableau 10 Valeurs des modules de cisaillement et de la contrainte nominale à la rupture des échantillons en forme de Y inversé en pâte et composites

En termes de contrainte à la rupture, on remarque une différence importante entre la pâte et le composite. Cette différence s'explique par la façon dont la rupture se produit sur les échantillons en pâte, permettant un développement important de la fissuration avant la rupture finale, ce qui n'est pas le cas sur les composites, qui ont des interfaces fragiles.

En ce qui concerne le module de cisaillement, celui du composite est inférieur à celui de la pâte de ciment, faisant ainsi preuve de la souplesse de la liaison pâte/granulat.

En ce moment, après la détermination des propriétés mécaniques des échantillons à partir des courbes contrainte/déformation, les états locaux de déformation des échantillons peuvent être analysés. Dans ce sens, la Figure 105 illustre les champs de déformation de deux échantillons : en pâte de ciment et composite pâte de ciment/granulat. Les champs de déformations ont été calculés avant l'apparition de la fissuration, aux endroits présentés dans la Figure 103.

Les champs de déformation des échantillons en forme de Y inversé en pâte de ciment avant la fissuration indiquent, comme pour les échantillons parallélépipédiques, la présence du cisaillement au niveau des zones d'intérêt indiquées dans la Figure 101. L'état global de déformation reste pourtant complexe. Un étirement horizontal  $\epsilon_{xx}$  important est observé dans la partie inférieure de la zone centrale, où la première fissure se produit.

En ce qui concerne les échantillons composites, les interfaces pâte de ciment/granulat se déforment surtout en cisaillement ( $\gamma_{xy}$ ), mais l'étirement horizontal ( $\epsilon_{xx}$ ) a une valeur non négligeable (Figure

105). La rupture se produit au niveau d'une des deux interfaces pâte/granulat. La fissuration et la rupture sont influencées de manière significative par l'étirement  $\epsilon_{xx}$ , qui peut diriger la formation des fissures vers l'interface la plus sollicitée en traction. Cet aspect souligne la vulnérabilité du matériau à la rupture en traction, qui pourrait s'expliquer par la validité du critère de rupture de Mohr-Coulomb de la liaison avec le granulat (Gu et al., 2013; Jebli et al., 2018a)

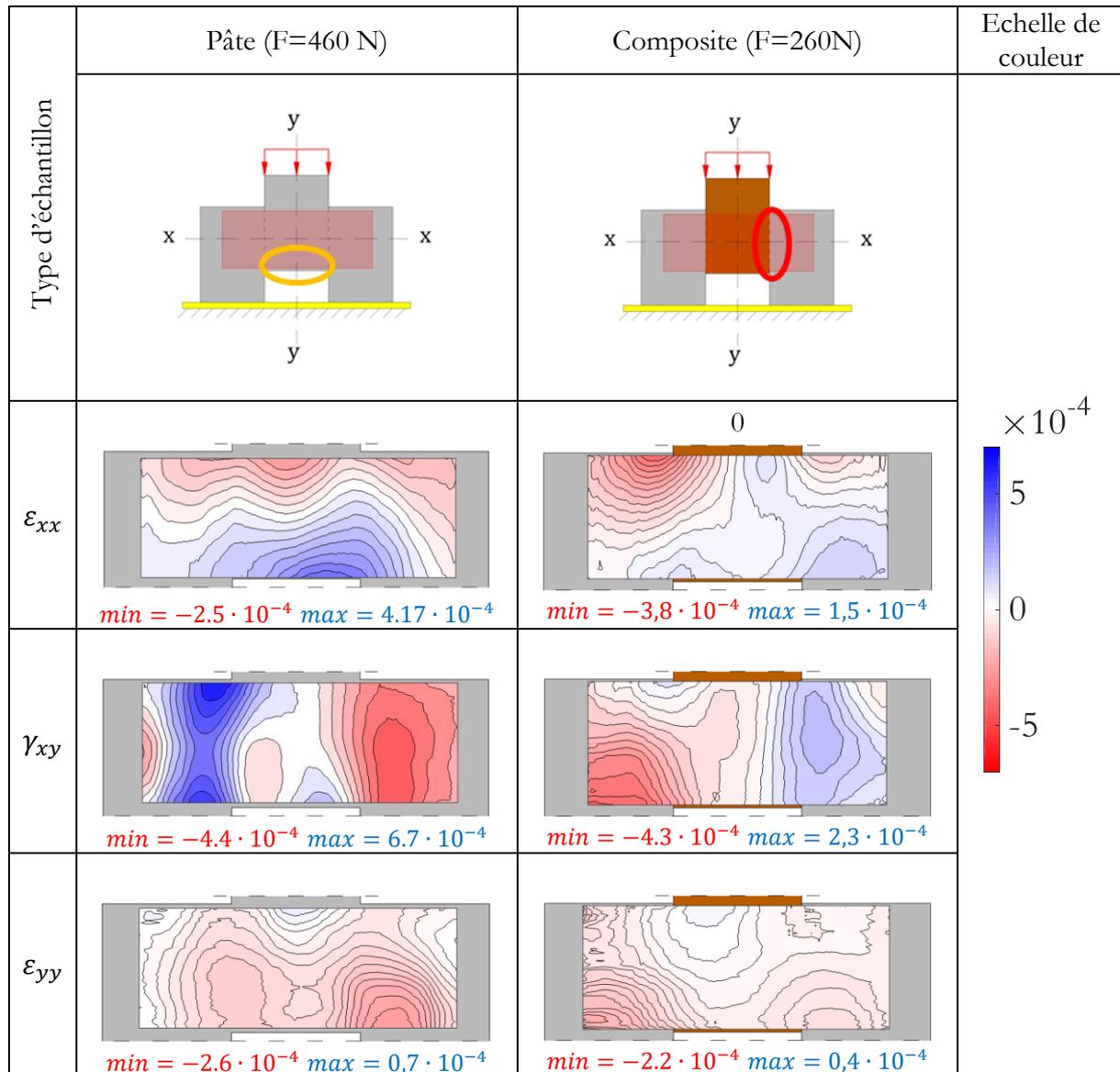


Figure 105 Champs de déformations (avant fissuration) des échantillons en forme de Y inversé, en pâte et composites pâte/granulat (avec deux interfaces)

#### 4.3.3.1. Comparaison des résultats des trois types d'essais mécaniques effectués

Une fois tous les résultats des essais mécaniques sur des échantillons sains obtenus, des comparaisons et corrélations ont été recherchés entre les différents types d'essais.

Une forte similitude a été observée entre les valeurs des modules de cisaillement mesurées sur la pâte de ciment et sur des composites coulés horizontaux prismatiques et en Y inversé (Figure 106). Le fait d'obtenir quasiment le même résultat sur deux types d'échantillons différents offre un premier indice de la fiabilité de la méthode de mesure par corrélation d'image utilisée.

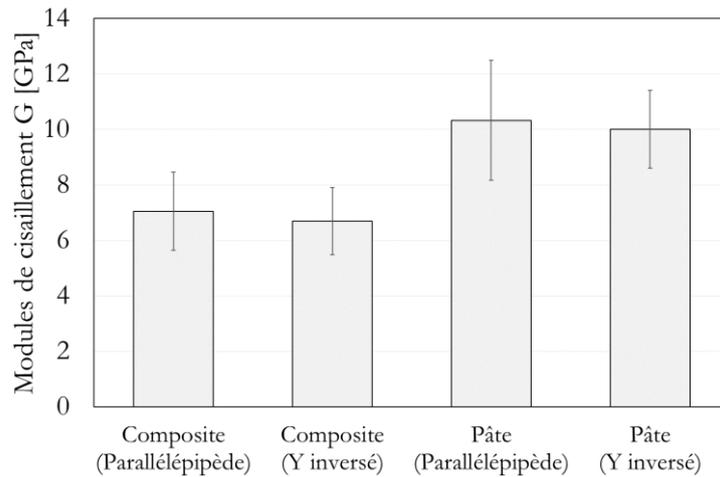


Figure 106 Comparaison entre les modules de cisaillement moyens obtenus sur des échantillons parallélépipédiques et en forme de Y inversé

Par la suite, afin de comparer les résultats obtenus sur les modules d'Young et de cisaillement, la pâte peut être considérée un matériau isotrope. Donc, la connaissance du module d'Young et du module de cisaillement de la pâte permet donc le calcul du coefficient de poisson  $\nu$  suivant la formule :

$$\nu = \frac{E}{2 * G} - 1 \quad (4.13)$$

La valeur du  $\nu$  ainsi calculée est de 0.29. Les valeur reportées par la littérature pour la pâte de ciment CEM I avec e/c de 0,4 se trouvent entre 0,23 et 0,25 (Haecker et al., 2005; Keinde et al., 2013). La différence avec notre valeur expérimentale peut être attribuée aux incertitudes liées à la mesure. En faisant confiance à la valeur de G de **10,16 GPa** (la moyenne des deux essais de cisaillement) qui a été confirmé par ces deux essais différents, la valeur du E correspondant à un  $\nu$  de **0,24** serait de **25,12 GPa**. La différence par rapport à la valeur expérimentale de 26.7 obtenus en traction est de 6% et est dans la marge de la dispersion obtenue expérimentalement.

En ce qui concerne la rupture en cisaillement des échantillons en pâte de ciment, une différence importante a été remarquée entre les contraintes à la rupture moyennes obtenues sur des échantillons en Y inversé et parallélépipédiques (16 par rapport à 8,7). Cette différence s'explique par des états différents de contrainte/déformation dans le cas de deux essais, qui produisent des ruptures par un cisaillement complexe, mais des types de fissures différents.

En ce qui concerne les composites, la contrainte à la rupture du composite Y est inférieure à celle du composite parallélépipédique coulé de la même manière, horizontale : 2,9 par rapport à 3,9. Ce résultat pourrait s'expliquer par un effet d'échelle due à la présence de deux interfaces et par des défauts d'aplomb qui peuvent amener à l'apparition de contraintes parasites de traction.

#### 4.3.3.2. Complément d'analyse du comportement élastique des échantillons en Y inversé (comparaison expérimentale/numérique)

Comme nous l'avons déjà évoqué, la mesure des très petites déformations, proches de la limite de la méthode, est accompagnée par un bruit important, surtout au niveau de l'interface où la variation des propriétés du matériau sur une distance très courte est difficilement repérable. De ce fait, une vérification des résultats destinée à conforter la méthode utilisée est présentée dans ce paragraphe. En effet, l'utilisation de la corrélation d'image à cette échelle réduite par rapport à d'autres études

réalisées sur le béton dans le passé (Corr et al., 2007; Skarżyński et al., 2013) demeure une approche relativement innovante. Cette approche a été utilisée premièrement par Jebli (2016) et poursuivie pendant la présente étude.

En effet, la vérification souhaitée est réalisée en comparant la réponse mécanique globale des échantillons en Y inversé, obtenue expérimentalement avec celle issue d'une simulation numérique. Dans cette simulation, les modules d'Young des matériaux sont ceux obtenues suite à l'essai de traction. La réalisation de cette vérification sur l'échantillons en forme de Y inversé est justifiée par la possibilité de vérifier dans un cas plus complexe (échantillons en forme de Y inversé) la fiabilité des mesures réalisées dans un cas plus simple (échantillons en traction).

Les simulations numériques 3D ont été conduites avec le logiciel Cast3M 2019. La réponse des échantillons en pâte de ciment et composites dans le domaine linéaire élastique a été simulée pour le niveau de chargement qui précède l'apparition de la fissuration.

La comparaison est faite entre la valeur de la force expérimentale appliquée par la machine appelée par la suite  $F_{exp}$  avec celle indiquée par la simulation numérique, appelée  $F_{num}$ . En effet, la simulation permet le calcul de cette force en tant que force de réaction  $F_{num}$  au niveau de la surface de chargement, suivant la direction de l'axe  $yy$ . Dans notre cas, l'écart entre ces 2 forces renseignera sur la justesse des résultats obtenus.

D'une manière générale, pour chacun des échantillons analysés, la force  $F_{num}$  a été obtenue suite à l'application des conditions aux limites expérimentales à un échantillon avec des propriétés élastiques considérées fixes.

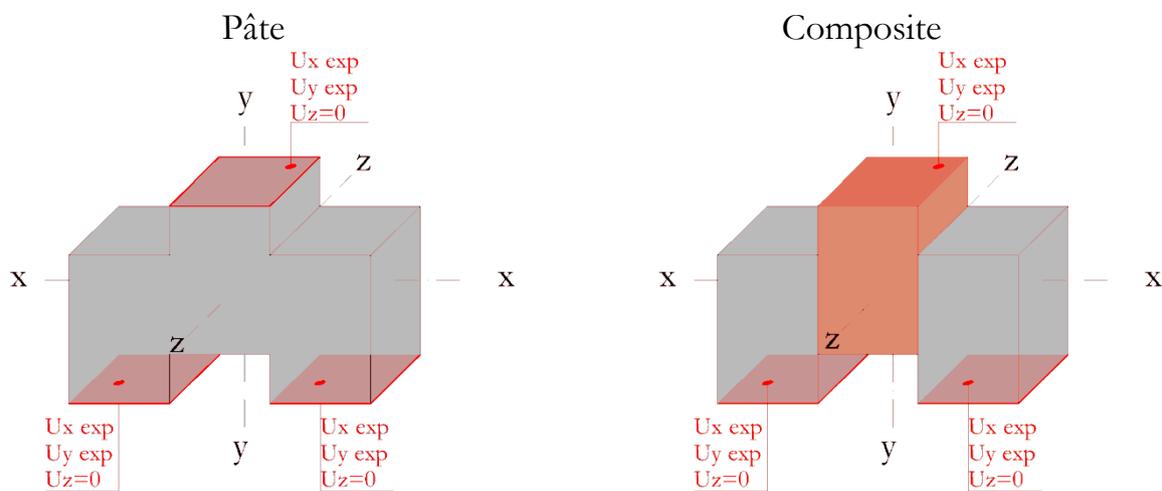


Figure 107 Conditions aux limites appliquées aux échantillons

La Figure 107 illustre les conditions aux limites génériques imposées aux échantillons dans la simulation. Ces conditions aux limites en déplacement ont été récupérées au niveau des surfaces d'appui et de chargement depuis les cartes de déplacement obtenues par CIN. On mentionne qu'en ayant accès à une face de l'échantillon, seulement les déplacements  $U_x$  et  $U_y$  peuvent être accessibles. Par conséquent, dans la simulation, aux surfaces concernées, les déplacements  $U_x$  et  $U_y$  imposés ont été considérés égaux aux valeurs moyennes mesurées expérimentalement, tandis que les déplacements  $U_z$  ont été considérés nuls. Ce choix est favorisé aussi par le fait, révélé par

des simulations, que la valeur moyenne des déplacements  $U_z$  sur les surfaces d'appui n'influe pas sur la valeur de la force de réaction recherchée,  $F_{num}$ . En ce qui concerne l'échantillon composite, l'adhésion entre la pâte et le composite à l'interface a été considérée parfaite, aucun effet de l'ITZ n'étant donc pris en compte.

Les paramètres élastiques des matériaux (pâte et granulat) sont illustrés dans le Tableau 11. Le module d'Young de la pâte est celui obtenu lors des essais de traction. En ce qui concerne le coefficient de Poisson, il ne peut pas être obtenu directement suite aux résultats disponibles, mais il a été estimé à travers la littérature pour un matériau similaire (pâte de ciment CEM I avec un rapport E/C de 0.4).

En ce qui concerne le granulat, la valeur du module d'Young utilisé a été celle mesurée par Jebli (2016), tandis que le coefficient de Poisson a été choisi de manière partiellement arbitraire à 0.3.

	$E$ (GPa)	$\nu$
<b>Pâte</b>	26.7 GPa	0,24
<b>Granulat</b>	60 GPa	0,3

Tableau 11 Paramètres élastiques des matériaux utilisés dans la simulation

Les résultats obtenus suite à ces simulations en termes de forces de réaction  $F_{num}$  comparées aux forces expérimentales  $F_{exp}$  sont présentés dans la Figure 108.

En ce qui concerne la pâte de ciment, on observe que les forces moyennes obtenues expérimentalement et numériquement sont similaires, la différence relative étant de 2%. La quasi égalité de ces deux valeurs confirme, en effet, la fiabilité de la méthode de calcul des déplacements et déformations par corrélation d'image utilisées dans la présente étude.

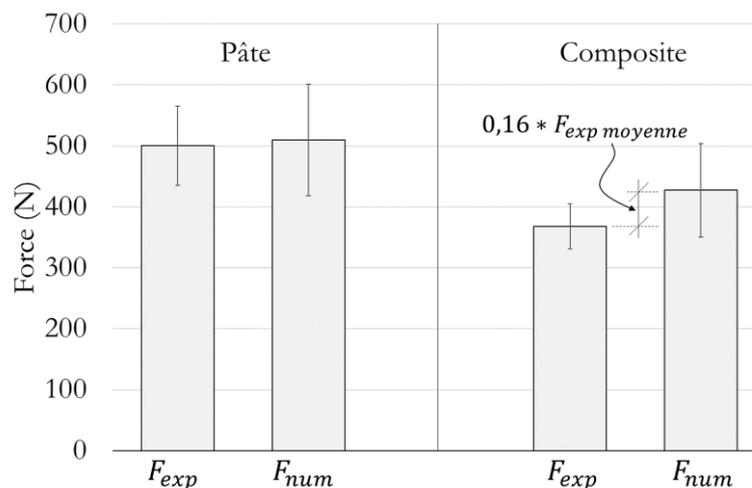


Figure 108 Résultats obtenus suite aux essais expérimentaux et aux simulations numériques

Au sujet des échantillons composites, on observe que les forces moyennes obtenues numériquement sont supérieures aux valeurs expérimentales. Cela signifie que la rigidité globale des échantillons composites, avec une liaison pâte/ciment parfaite est surestimée. Le rapport de 1,16, entre la force obtenue numériquement  $F_{num}$  et celle obtenue expérimentalement  $F_{exp}$ , indique que l'effet assouplissant de l'ITZ sur la rigidité de la liaison pâte granulat, visible aussi au niveau global de l'échantillon, est significatif. Cette affirmation est confirmée par des champs de déformations de cisaillement  $\gamma_{xy}$  qui présentent des valeurs supérieures au niveau des interfaces

dans le cas expérimental par rapport au cas numérique idéal, qui considère des liaisons pâte/granulat parfaites aux interfaces. Ce résultat confirme aussi ceux des essais de traction et cisaillement (paragraphes 4.3.1 et 4.3.2) qui ont indiqué à leur tour l'effet assouplissant de de l'ITZ sur la rigidité de la liaison pâte/granulat.

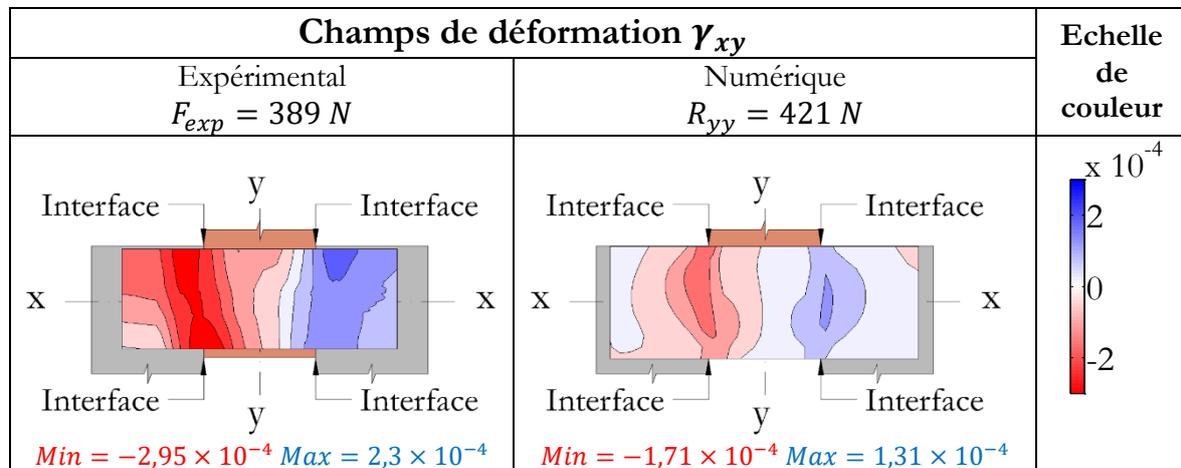


Figure 109 Champs de déformations  $\gamma_{xy}$  obtenus expérimentalement et numériquement pour des conditions aux limites données

À partir de ces observations, on considère que l'essai mécanique sur échantillons en Y inversé s'est avéré utile pour la validation des propriétés élastiques obtenues par les autres essais mécaniques. Cependant, dans la configuration actuelle, à cause d'un état de contrainte/déformation complexe, cet essai ne permet pas une évaluation correcte de la résistance en cisaillement. Afin d'envisager la détermination de cette résistance, des mesures sont nécessaires pour améliorer l'uniformité de la sollicitation entre les deux interfaces. Parmi ces mesures, on mentionne le blocage des déplacements horizontaux au niveau des surfaces d'appui.

Une autre possibilité envisagée, qui pourrait s'avérer plus convenable, serait de déterminer la résistance au cisaillement de la pâte et des composite sur des échantillons avec une géométrie parallélépipédique ou de type Iosipescu (Iosipescu and Matak, 1971; Schlangen, 1995). Ce dernier type d'échantillons permet d'obtenir une rupture générée par une sollicitation de cisaillement pur, suite à la réalisation des entailles en forme de V dans la section où la rupture est dirigée. En effet, dans le cas de la détermination des résistances au cisaillement et de traction, le critère de rupture pourrait être vérifié sur les échantillons en forme de Y inversé.

#### 4.3.4. Conclusion

Dans ce chapitre, les résultats des essais de traction et cisaillement sur des échantillons sains en pâte de ciment et composites pâte de ciment – granulat ont été présentés. Les essais ont été traités par l'intermédiaire de la corrélation d'image numérique (CIN) pour la mesure des champs de déplacements et de déformations.

Une procédure a été mise en place afin de réduire les dispersions des résultats des essais de traction. Cette méthodologie implique la réduction des défauts géométriques et l'adaptation du dispositif de sollicitation mécanique en vue de réduire leur influence sur l'uniformité du chargement. Les défauts géométriques ont été contenus par l'intermédiaire d'un montage de collage. Le dispositif d'essai comprend un chargement articulé par le biais de deux pivots qui permettent une répartition quasi uniforme de la charge sur la section en dépit des défauts géométriques.

La comparaison des contraintes à la rupture en traction de la pâte et du composite indique la fragilité importante de la liaison pâte de ciment/granulat des échantillons coulés horizontalement. La rupture de ces composites se produit au niveau de l'interface pour des contraintes inférieures à celles des échantillons en pâte de ciment et des composites coulés verticalement. En ce qui concerne les composites coulés verticalement, la rupture se produit le plus souvent dans la pâte de ciment à cause des concentrations de contrainte au niveau des plaques de chargement.

En termes de rigidité, une liaison pâte/granulat imparfaite est révélée pour les deux types de composites. Les modules d'Young moyens des composites sont inférieurs à ceux correspondant à une liaison parfaite pâte/granulat. De plus, une dispersion importante est remarquée dans la mesure des modules d'Young. Cette dispersion peut être imputée à la mesure des très petites déformations qui sont proches de la limite de la méthode, au maillage large qui peut amplifier l'effet des défauts locaux et aux défauts de verticalité de l'échantillon.

Deux types d'essais de cisaillement ont été réalisés sur des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment / granulat : sur des échantillons parallélépipédiques et en forme de Y inversé. Ces deux types d'essai révèlent un état de contrainte/déformation complexe où le cisaillement demeure pourtant prédominant.

L'analyse des résultats obtenus sur les échantillons en forme de Y inversé a permis aussi une comparaison des résultats obtenus pour les autres essais, afin de vérifier leur fiabilité. Les valeurs moyennes des modules d'élasticité obtenues suite aux différents essais sont cohérentes, malgré une certaine dispersion des valeurs liée aux conditions particulières générées par l'échelle d'observation réduite. Cette affirmation est confortée par la similitude des forces expérimentales de chargement avec celles issues d'une simulation du comportement élastique des échantillons en pâte en forme de Y inversé, où le module d'élasticité a été considéré égal à celui mesuré suite aux essais de traction. De plus, l'effet assouplissant de l'ITZ est confirmé par le même genre de simulation sur échantillons composites, qui présentent expérimentalement une déformabilité importante au niveau des interfaces pâte/granulat.

Sur l'ensemble des essais de traction et cisaillement, on a remarqué une différence visible entre les composites coulés verticalement et les composites coulés horizontalement en termes de contrainte à la rupture et modules d'élasticité. Les composites coulés verticalement se sont montrés plus résistants et plus rigides. Tenant compte de cette remarque, la possibilité d'étudier l'effet du ressuage sur les propriétés mécaniques de l'interface en jouant sur l'orientation du sens de coulage a été évoqué. À travers les essais mécaniques effectués sur échantillons sains, la vulnérabilité du matériau à la sollicitation de traction pour le comportement mécanique des échantillons nous a conduit à choisir ce type d'essai pour l'étude des échantillons dégradés.

#### 4.4. Influence de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale

Dans ce sous-chapitre, l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et des composites pâte de ciment / granulats a été étudié à l'appui des essais de traction. L'effet de la dégradation chimique sur la rigidité et la résistance des échantillons sera évalué à travers les courbes contrainte/déformation. Cette analyse sera complétée par une discussion sur l'influence de la fissuration qui est observée sur ces échantillons dégradés. Dans ce sens, pour chaque taux de dégradation associé aux 5 durées de dégradation, 10 échantillons en pâte de ciment et 10 composites ont été analysés.

On mentionne que les échantillons composites coulés verticalement ont été employés pour les essais du fait d'une liaison pâte/granat plus résistante que dans le cas des composites coulés horizontalement. Le choix de ce type de composite a permis de préserver une adhésion suffisante entre pâte et granulats pour des taux de dégradation importants.

##### 4.4.1. Evolution des propriétés mécaniques

Dans l'objectif d'accéder aux courbes contrainte/déformation représentatives des échantillons, l'orientation des échantillons par rapport à la caméra a été choisie afin de permettre une sollicitation uniforme des zones saine et dégradée. Dans cette optique, la Figure 110 montre l'orientation des faces des échantillons dégradés observées par corrélation d'images numériques lors des essais de traction.

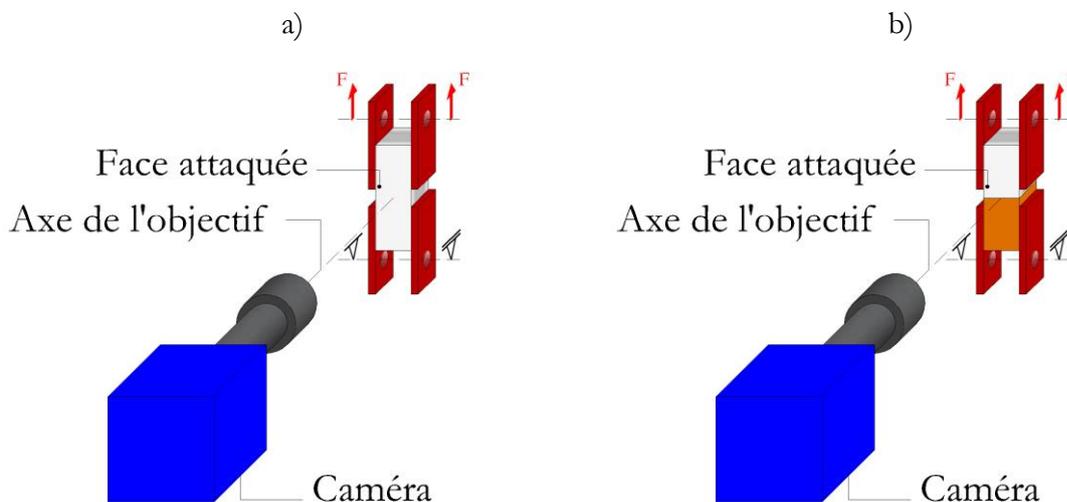


Figure 110 Manière de réaliser l'essai de traction avec corrélation d'image numérique sur un échantillon en pâte de ciment (a) et composite pâte de ciment/granat (b)

Sur les échantillons dégradés, les mesures des déplacements et déformations par CIN ont été réalisées sur une face attaquée qui a été en contact avec la solution agressive. Les plaques de chargement, quant à elles, ont été collées sur une face parallèle à la direction de dégradation. On obtient ainsi un chargement en parallèle de la zone saine et des deux zones dégradées situées d'une part et d'autre de la zone saine. Par conséquent, dans cette configuration, la face observée par CIN est celle qui a subi la dégradation chimique la plus importante. Pourtant, du fait du chargement en parallèle des zones saine et dégradées, les déformations mesurées sur cette face sont représentatives pour l'ensemble de l'échantillon.

Suite à l'emploi de cette configuration pour le chargement et l'observation des déformations, des courbes contraintes/déformation ont été obtenues. Les contraintes et les déformations ont été calculées de la même manière que pour les échantillons sains, conformément aux relations (4.4) et (4.5). La Figure 111 montre des courbes contrainte/déformation des échantillons en pâte de ciment et composites pour des différents taux de dégradation. Contrairement aux échantillons sains pour lesquels les courbes contrainte/déformation ont été obtenues par approximation linéaire, celles des échantillons composites ont été déterminées par approximation polynomiale à partir des courbes brutes. Le choix de ce type d'approximation est justifié par les changements des pentes qui sont observés sur ces courbes.

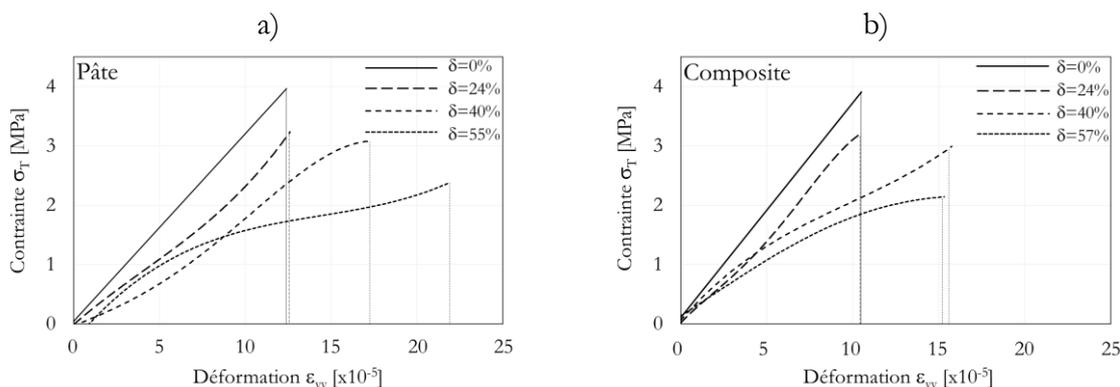


Figure 111 Courbe contrainte/déformation des échantillons dégradés en pâte de ciment (a) et composites (b)

Sur ces courbes contrainte/déformation, on observe, au sens large, que les échantillons deviennent moins résistants et moins rigides quand les taux de dégradation augmentent. En ce qui concerne les échantillons dégradés, leur courbe contrainte/déformation présente des portions de courbe non linéaires dont l'étendue augmente avec la croissance du taux de dégradation. La partie non linéaire, assimilable à de l'adoucissement, est une conséquence de l'endommagement. Cet aspect sera discuté dans le paragraphe 4.4.2.

Tenant compte de l'objectif plus large d'évaluer le comportement mécanique des échantillons dégradés, premièrement l'évolution du module d'Young de la pâte et du composite en fonction du taux de dégradation chimique a été analysée.

Le module d'Young des échantillons a été obtenu dans la partie pré-fissuration des courbes contrainte/déformation, où le comportement est assumé linéaire élastique. Un tel exemple de courbe est présenté dans le paragraphe 4.2.2.

Suite à la détermination des modules d'Young des échantillons, leur évolution en fonction du taux de dégradation chimiques est présentée dans la Figure 112, pour la pâte et pour le composite.

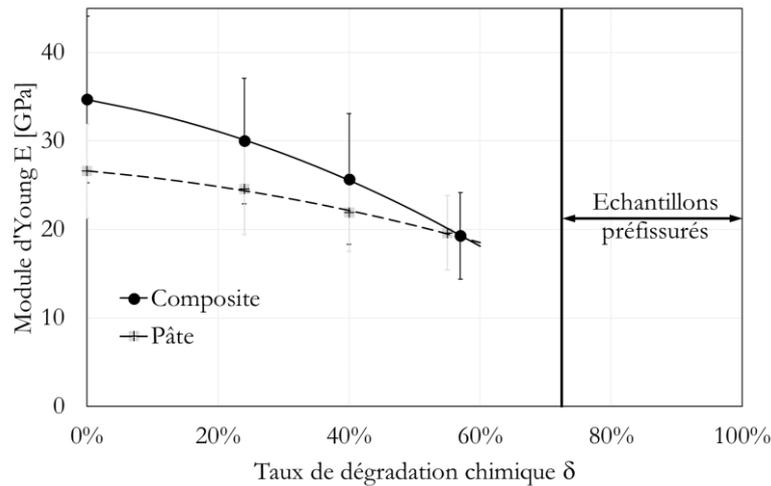


Figure 112 Évolution du module d'Young de la pâte et du composite en fonction du taux de dégradation chimique

Dans cette figure, l'évolution des modules d'Young des échantillons en pâte de ciment et composites ont été approximées par des courbes polynomiales. C'est une approche similaire avec celle employée par d'autres auteurs dans la littérature (Carde and François, 1997b; Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005) qui ont étudié l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires (pâte, mortier ou béton), en compression ou en flexion. Ces auteurs trouvent généralement une évolution linéaire de la rigidité et de la résistance en fonction du taux de dégradation à des échelles différentes (de cylindres de 10 mm à des poutres de 40x320 mm en section). Dans notre cas, l'évolution des modules d'Young des échantillons a été approximée par des courbes polynomiales, car la pente décroissante s'accroît avec l'augmentation du taux de dégradation.

Les évolutions des modules d'Young de la pâte et des composites ont été obtenues pour des taux de dégradation chimiques de maximum 57%. Pour des taux de dégradation supérieures, le module d'Young n'a plus été mesuré parce que les échantillons étaient pré-fissurés avant le chargement. Cette pré-fissuration apparaît soit dans la pâte, soit à l'interface pâte/granulat dans le cas des échantillons composites. D'après la littérature, la pré-fissuration due à la dégradation chimique apparaît suite au développement des précontraintes générées par le retrait de la pâte. Cette phénoménologie a été observée et analysée plus en détail par Burlion et al. (2007); Rougelot et al. (2010). En fait, suite au retrait endogène de décalcification de la pâte, des concentrations de contrainte s'accumulent pendant la lixiviation entre la zone saine et la zone dégradée de la pâte et à l'interface entre la pâte de ciment et le granulat. Une fois que ces contraintes dépassent la résistance à la traction du matériau dégradé, des fissures s'ouvrent.

Dans la même figure, on observe que la décroissance des modules d'Young du composite est plus prononcée par rapport à la pâte de ciment, mais les valeurs des modules d'Young du composite sont supérieures à celles enregistrées pour la pâte. Pourtant, une comparaison directe entre ces deux grandeurs n'est pas pertinente, car le composite contient une moitié granulat, qui n'est pas affectée par la lixiviation pendant la durée de l'étude, conformément aux observations menées par Jebli (2016).

Sous ces conditions, afin de pouvoir évaluer l'influence de l'ITZ sur la perte de rigidité de la liaison pâte de ciment/granulat, on a décidé de se rapporter au cas d'une liaison parfaite. Le modèle avec deux ressorts liés en série (pâte et granulat) évoqué dans le paragraphe 4.3.1 permet de calculer le module d'élasticité équivalent du composite dans l'hypothèse d'un contact parfait pour chaque

niveau de dégradation. Ce module imaginaire du composite idéal avec liaison parfaite a été calculé en fonction du taux de dégradation chimique. Pour un taux de dégradation chimique  $\delta$  donné, le module d'Young du composite idéal  $E_{cp}(\delta)$  a été calculé à partir du module de la pâte correspondant au même taux de dégradation chimique  $E_p(\delta)$  et du module d'Young du granulat  $E_g$  suivant un raisonnement similaire à celui qui a été présenté dans le chapitre 4.3.1:

$$E_{cp}(\delta) = \frac{1}{\frac{1}{E_p(\delta)} + \frac{1}{E_g}} \quad (4.14)$$

Après le calcul du module d'Young du composite idéal par cette formule, les évolutions des modules d'Young des composites idéaux et réels sont montrées en parallèle dans la Figure 113. Dans cette figure, on observe que le module d'Young du composite réel est inférieur à celui du composite idéal pour les taux de dégradations observés. Suite à la lixiviation, la différence entre les modules d'Young des deux composites augmente, témoignant d'une dégradation importante de la liaison pâte de ciment/granulat réelle. En effet, la différence entre le module d'Young du composite idéal et celui du composite réel provient de la souplesse de l'ITZ, ainsi que de sa dégradation chimique importante. A l'état sain, la composition chimique de l'ITZ rend la liaison pâte/granulat moins rigide par rapport à la pâte à laquelle contribue la concentration importante en portlandite, observée dans cette étude. Cette espèce chimique a des propriétés cohésives inférieures aux C-S-H qui sont prédominants dans le cœur de la pâte. Ensuite, à l'état dégradé, suite à la dissolution totale de la portlandite, la rigidité de la liaison pâte de ciment/granulat est plus affectée que celle de la pâte de ciment, du fait de l'augmentation importante de la porosité.

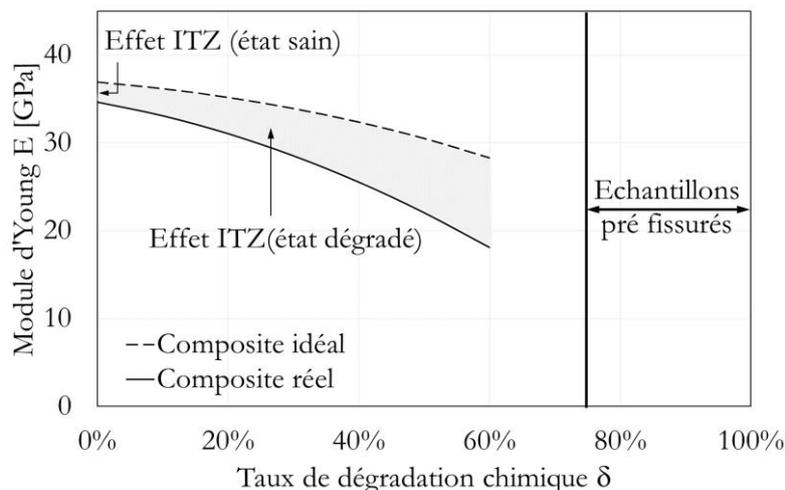


Figure 113 Évolution du module d'Young équivalent idéal (contact parfait) et réel du composite

Ce résultat est cohérent avec l'idée connue dans la littérature conformément à laquelle la dégradation chimique prononcée de l'ITZ génère une dégradation importante des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat (Carde and François, 1997a; Jebli et al., 2018b).

Concernant les modules d'Young de la pâte, obtenues expérimentalement, on peut les comparer avec les valeurs obtenues à l'échelle locale à travers l'essai de traction et celles obtenues à l'échelle de la microstructure par micro indentation.

Les tests de micro indentation ont été réalisés pour une seule durée de dégradation – 4 jours dans la zone saine et dans la zone dégradée de la pâte de ciment. Pour les 3 échantillons analysés,

l'évolution des modules d'Young dans la zone saine et dans la zone dégradée est présentée dans la Figure 114.

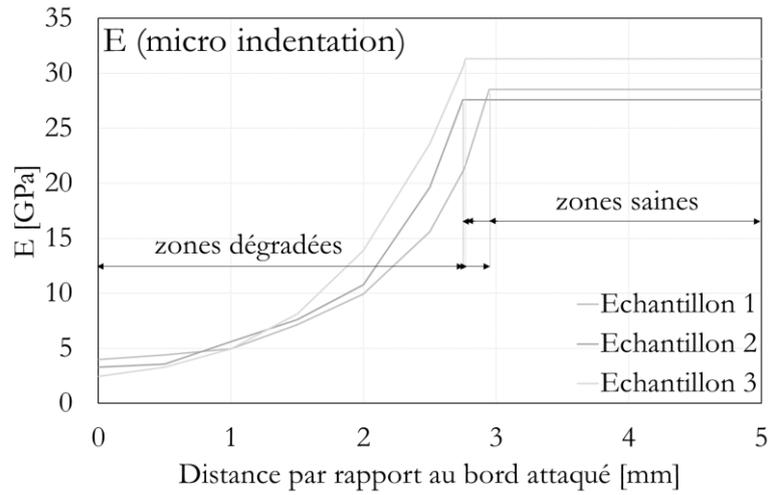


Figure 114 Évolution des modules d'Young obtenus par micro indentation dans la zone saine et dégradée après 4 jours de dégradation

Sur ces courbes, le module d'Young moyen à l'état sain obtenu par micro indentation a été considéré constant, égal à la valeur moyenne obtenue dans la zone saine. Dans la zone dégradée, l'évolution du module d'Young dans la zone dégradée a été déterminée par régression polynomiale, comme il est présenté dans le paragraphe 4.2.3.

Par conséquent, à partir de ces courbes, les modules d'Young à l'échelle de la microstructure ont été calculés pour l'état sain et pour le taux de dégradation qui correspond à la zone étudiée.

Pour la pâte dégradée, le module d'Young  $E_d$  a été calculé pour les trois échantillons à partir des courbes d'évolution présentées dans la Figure 114, avec la formule :

$$E_d = \int_0^{L/2} E(x) dx \quad (4.15)$$

Où  $L$  représente la longueur du côté de la section transversale de l'échantillon, qui est égale à 10 mm et  $E(x)$  représente la valeur du module d'Young en fonction de l'abscisse le long de la zone analysée.

Les valeurs moyennes obtenues par les deux méthodes – micro indentation et essai de traction, munies de dispersions sont représentées dans la Figure 115. Dans cette figure, le taux de dégradation  $\delta$  associé aux échantillons dégradés a été calculé à partir des courbes présentées dans la Figure 114 avec la formule :

$$\delta = \frac{e_d}{L/2} = \frac{e_d}{5 \text{ mm}} \quad (4.16)$$

Où  $e_d$  est l'épaisseur de la zone dégradée calculée sur la courbe d'évolution du module d'Young  $E(x)$ ;  $L$  représente la longueur du côté de la section transversale. Dans la formule, la valeur  $L/2$  est employé, car le calcul est fait sur une demi-section.

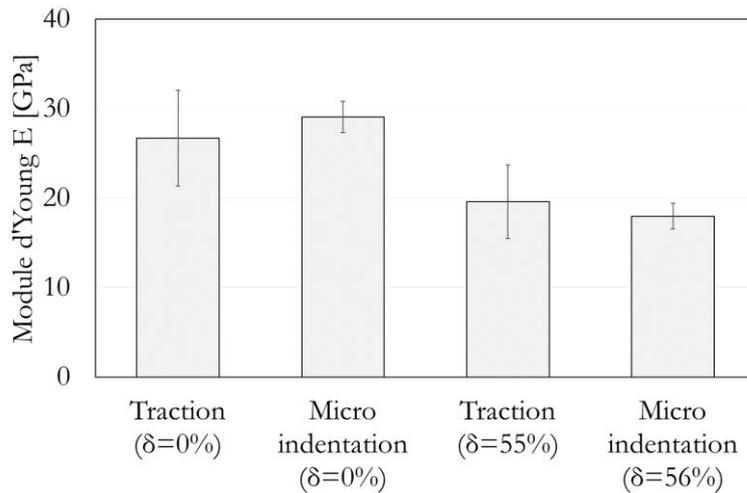


Figure 115 Modules d'Young de la pâte obtenus par micro-indentation et essai mécanique

Dans cette figure, on observe des différences inférieures à 10% entre les valeurs moyennes du module d'Young obtenues à travers la micro indentation et à travers l'essai mécanique de traction. En ce qui concerne l'état sain, l'écart entre les deux valeurs s'explique par l'effet d'échelle qui implique une valeur inférieure à l'échelle supérieure, celle locale. En ce qui concerne l'état dégradé, la différence se manifeste dans l'autre sens. La valeur moyenne du module d'Young obtenue par micro indentation, donc, à l'échelle inférieure, celle de la microstructure, est inférieure à celle obtenue à l'échelle locale, par essai de traction. Cela est probablement une conséquence de l'incidence importante des micro-défauts créés par la dégradation chimique à l'échelle de la microstructure (micro pores et des microfissures).

Quant à la dispersion des résultats, matérialisée dans les valeurs du coefficient de variation, on observe que les valeurs du module d'Young obtenues par micro indentation sont moins dispersées. Or, théoriquement, en montant l'échelle d'observation vers l'échelle du volume élémentaire représentatif, la dispersion d'une propriété d'un matériau diminue, ce qui est contraire au sens de ces résultats expérimentaux. Certes, dans notre cas, les méthodes de mesures et le nombre d'échantillons analysés par chaque méthode sont différents. Malgré cela, on considère comme approprié d'observer la différence nette entre les valeurs de la dispersion obtenues par micro indentation et essai de traction. En effet, cette tendance révèle une influence des incertitudes liées aux conditions de mise en place de l'essai de traction. Cela génère une amplification artificielle de la dispersion des valeurs mesurées, au-delà de la dispersion réelle du module d'Young du matériau. Les sources de ces incertitudes sont les défauts structurels du collage ou du matériau, ainsi que des éventuels d'alignement de l'axe d'objectif de la caméra par rapport à l'échantillon qui peuvent influencer la mesure des déformations sur la face observée par CIN. Par conséquent, à travers les résultats expérimentaux de l'essai de traction, la dispersion du module d'Young du matériau est surestimée.

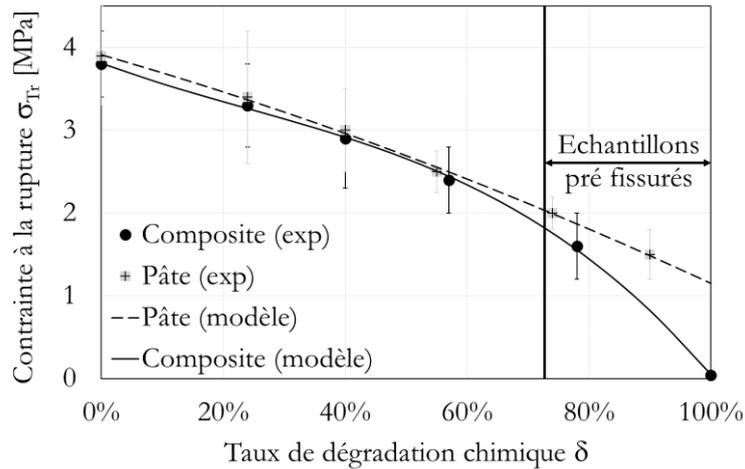


Figure 116 Évolution de la contrainte nominale à la rupture de la pâte en fonction du taux de dégradation chimique

Dans le cadre de l'étude des propriétés mécaniques des échantillons dégradés, après le module d'Young, on s'est concentré sur les contraintes à la rupture. Dans ce sens, l'évolution de la contrainte à la rupture des échantillons en pâte et composites en fonction du taux de dégradation chimique est illustrée dans la Figure 116.

Dans cette figure, l'évolution des contraintes à la rupture en fonction du taux de dégradation est approximée par des courbes polynomiales. Dans le cas des échantillons en pâte, cette évolution est quasi linéaire. Ce type d'évolution est cohérente avec celles issues d'autres ouvrages dans la littérature qui se sont intéressés au comportement mécanique des matériaux cimentaires (pâte, mortier ou béton) lixiviés, mais à l'échelle macroscopique. Plusieurs auteurs (Carde and François, 1997a; Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005) ont trouvé une dépendance linéaire entre la résistance mécanique et le taux de dégradation chimique pour des divers types d'essais (compression et flexion).

En revanche, dans le cas des composites, deux tendances peuvent être délimitées. Pour des taux de dégradations chimiques inférieures à 60%, les contraintes à la rupture des composites sont quasi-égales aux celles de la pâte, car la rupture des composites se produit de manière préférentielle dans la pâte. Ensuite, la rupture des composites commence à se produire à l'interface et la contrainte à la rupture chute pour atteindre une valeur quasi-nulle pour un taux de dégradation chimique de 100%.

Ces évolutions différentes des contraintes à la rupture, observées pour les échantillons en pâte et composites en fonction du taux de dégradation chimique sont influencées par la fissuration. Selon le cas, ce phénomène commence pendant le chargement ou avant celui-ci. Dans ce contexte, l'influence de la fissuration sur le comportement mécanique des échantillons est considérée significative. Elle est discutée dans le paragraphe suivant.

#### 4.4.2. Observation de la fissuration

L'observation de la fissuration des échantillons a été possible grâce à l'étude des champs de déplacement. Sur ces champs, les fissures, par l'effet de leurs ouvertures, se manifestent comme des discontinuités locales.

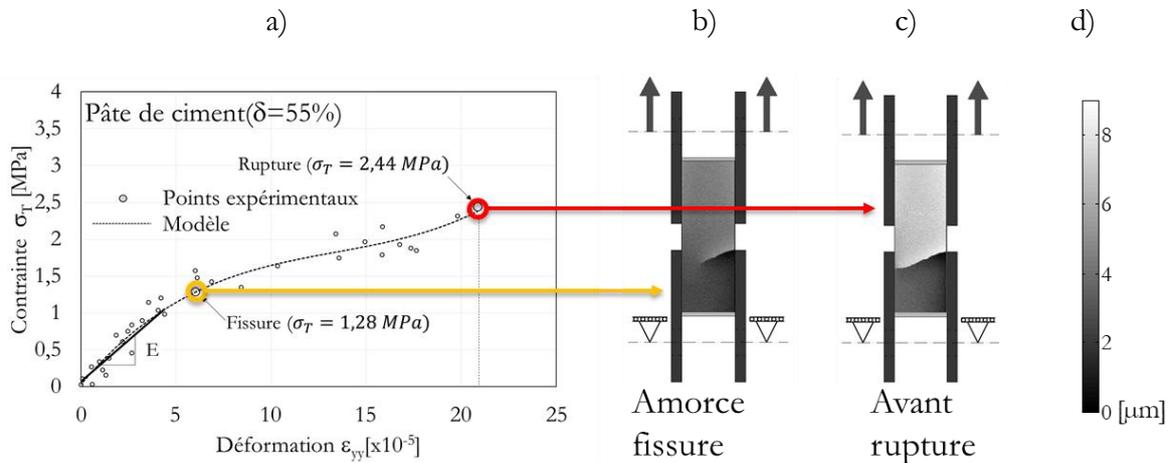


Figure 117 Illustration de l'effet de la fissuration sur les courbes contrainte/déformation de la pâte. Courbe contrainte/déformation (a) ; champ de déplacements verticaux  $u_y$  au moment de l'apparition de la fissure (b) ; champ de déplacements verticaux  $u_y$  avant la rupture (c) ; échelle de couleur associée aux champs de déplacements (d).

Par conséquent, afin de pouvoir évaluer l'effet de la fissuration sur les propriétés mécaniques des échantillons, les courbes contrainte/déformation ont été confrontées avec les champs de déplacement. La Figure 117 présente une courbe contrainte/déformation d'un échantillon en pâte pour un taux de dégradation  $\delta = 56\%$ , ainsi que les champs de déplacement après l'ouverture de la fissure et avant la rupture. Sur la même figure, est illustrée aussi la façon d'obtenir le module d'Young à partir de la partie linéaire de la courbe, la pré-fissuration.

Dans cette figure, on observe que l'apparition de la fissure sur la face observée à comme conséquence l'adoucissement de la pente de la courbe contrainte/déformation. Ce phénomène est observé sur une partie des échantillons dégradés. Sur le reste des échantillons, les courbes contrainte/déformation présentent un changement de pente dans l'autre sens. Après la partie linéaire, la pente devient plus raide ou même change de sens. Sur ces échantillons, probablement la fissuration apparaît sur la face postérieure, non observée. Afin d'illustrer les différents types des fissures qui sont observées sur les échantillons en pâte, dans la Figure 118, trois champs de déplacements à l'instant avant la rupture des 3 échantillons différents pour un taux de dégradation de 57% sont présentés.

Dans cette figure, on observe que la localisation et la forme des fissures est assez variables, mais dans une zone préférentielle, celle située globalement entre les plaques supérieures et celles inférieures. La majorité des fissures apparaissent dans la proximité des jonctions avec les plaques dû aux concentrations de contraintes qui s'y développent (voir paragraphe 4.3.1). Une quantité moins importante, mais significative de fissures est remarquée dans la zone médiane. L'apparition des fissures dans cette zone se produit probablement en réponse à l'existence des défauts locaux dans la structure du matériau.

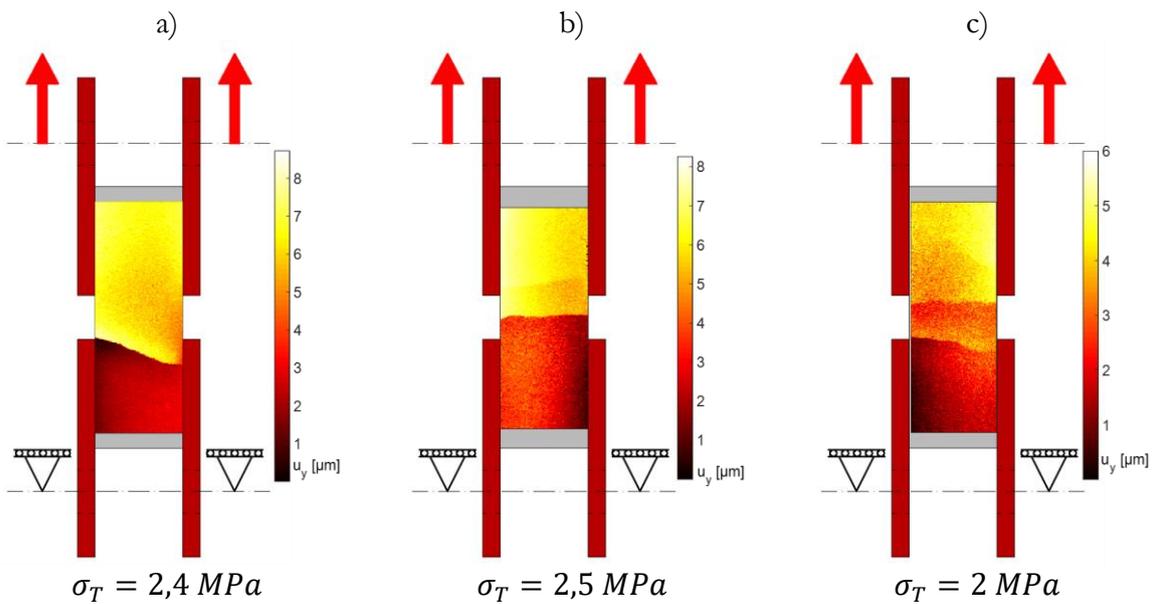


Figure 118 Champs de déplacements d'échantillons en pâte de ciment fissurés avant la rupture

Par la suite, tenant compte que pour les échantillons en pâte où les fissures ont été visibles sur la face observée, la contrainte au moment de l'ouverture de la fissure peut être identifiée. Donc, elle a été comptabilisée en tant que contrainte à la fissuration  $\sigma_{Tf}$ .

Afin d'évaluer l'influence de la fissuration sur la contrainte à la rupture de la pâte, la Figure 119 montre l'évolution de la contrainte à la rupture et de la contrainte à la fissuration en fonction du taux de dégradation chimique. En comparant les deux courbes, on remarque que la contrainte à la fissuration chute plus rapidement et même atteint la valeur nulle, pour le taux de dégradation pour lequel les échantillons deviennent pré-fissurés avant le chargement. Il est à noter que, malgré une décroissance plus rapide de la contrainte à la fissuration, la décroissance de la contrainte à la rupture ne s'accélère de manière significative et garde un aspect quasi linéaire.

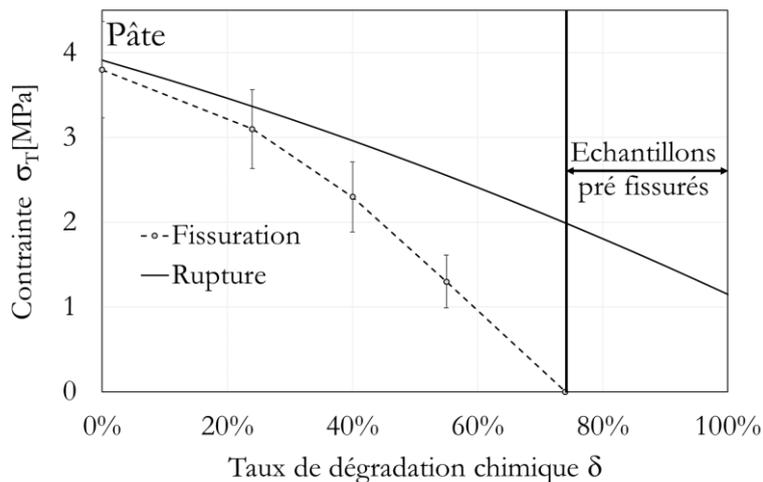


Figure 119 Évolution de la contrainte à la fissuration de la pâte de ciment

Ce comportement de la pâte de ciment est assez particulier, car généralement en traction, les matériaux cimentaires présentent une rupture rapide après l'ouverture des fissures (Bažant and Cedolin, 1993; Mier and Vliet, 2002; Swaddiwudhipong et al., 2003; Zhou, 1988). En effet, dans de tels cas, après l'ouverture des fissures, la section transversale diminue, et une redistribution des contraintes se produit. Alors, le chargement devient excentrique et la rupture finale est accélérée. Néanmoins, ce type de comportement a été observée sur matériaux non dégradés, mais pour des configurations de chargement similaires à celles utilisées dans la présente étude.

Or, dans notre cas, la fissuration est observée dans la partie dégradée. En effet, l'origine de la résistance résiduelle importante après l'ouverture des fissures dans la zone dégradée peut se trouver dans la manière de charger cette zone et dans les particularités de la pâte dégradée.

Dans la présente étude, la configuration de l'essai implique un chargement en parallèle de la zone saine et des zones dégradées qui peut être modélisé par des ressorts (Figure 120a). Lors d'un tel chargement en parallèle, en considérant des collages parfaits avec les plaques de chargement, les déformations des différents ressorts, associées aux zones saines et dégradées, sont égales. Par conséquent, la force supportée par chaque ressort est proportionnelle à sa rigidité. Dans le cas de cet essai, les fissures observées se trouvent sur la face filmée, celle qui a été en contact avec la solution agressive, et donc la zone la plus dégradée chimiquement. Le ressort qui correspond à cette zone supporte une partie réduite de la charge totale, car cette charge partielle est proportionnelle à sa rigidité réduite. Donc, la redistribution des contraintes apparue suite à la fissuration a une ampleur réduite et n'est pas suffisante pour générer une excentricité significative du chargement (Figure 120 b). A part cela, la pâte de ciment CEM I dégradée présente une déformabilité supérieure à celle de la pâte saine (Heukamp et al., 2003), ce qui peut retarder la propagation de la fissure dans la profondeur. Tous ces aspects cumulés peuvent en effet avoir comme conséquence la limitation de la fissuration à une zone superficielle jusqu'à l'approche de la rupture finale. Cela explique la résistance significative des échantillons après l'ouverture des fissures.

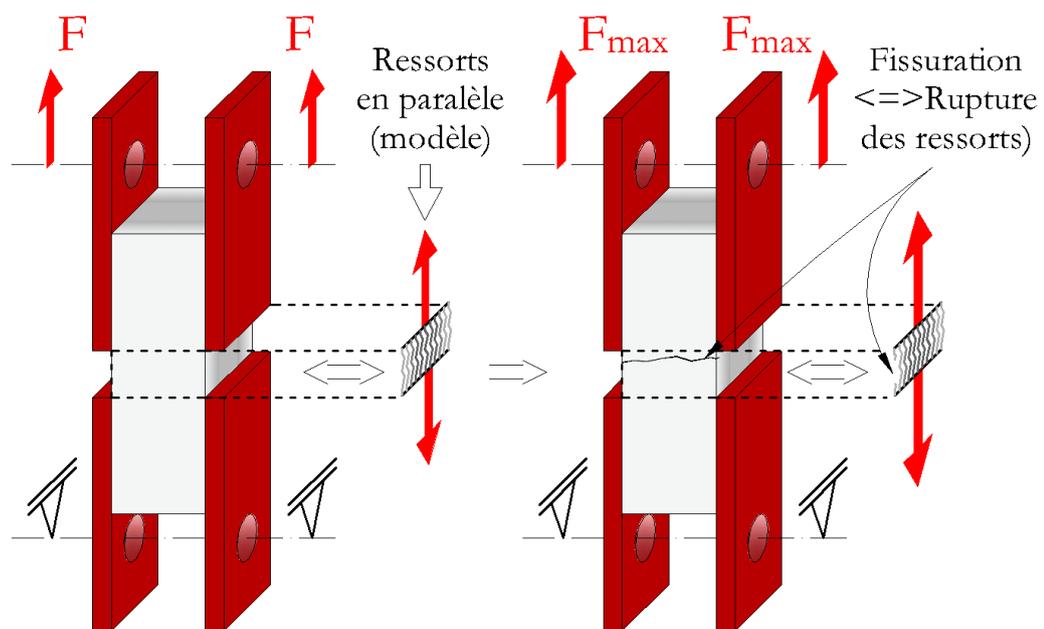


Figure 120 Illustration du chargement et de la fissuration d'un échantillon en pâte de ciment.

Après l'interprétation de l'influence de la fissuration sur le comportement des échantillons en pâte pendant l'essai de traction, le même type de discussion sera conduite pour les composites. Dans le cas des composites, la notion de contrainte à la fissuration n'a pas de pertinence pour caractériser la liaison pâte/granulat, car les fissures se produisent non seulement à l'interface pâte/granulat, mais aussi dans la pâte. Pourtant, un nombre important d'échantillons présentent des fissures à l'interface et ce nombre a été comptabilisé. La Figure 121 montre un champ de déplacement d'un échantillon composite fissuré à l'interface avant la rupture. Contrairement aux fissures dans la pâte de ciment, les fissures à l'interface apparaissent sur toute la largeur de l'interface. Leurs ouvertures augmentent jusqu'à la rupture.

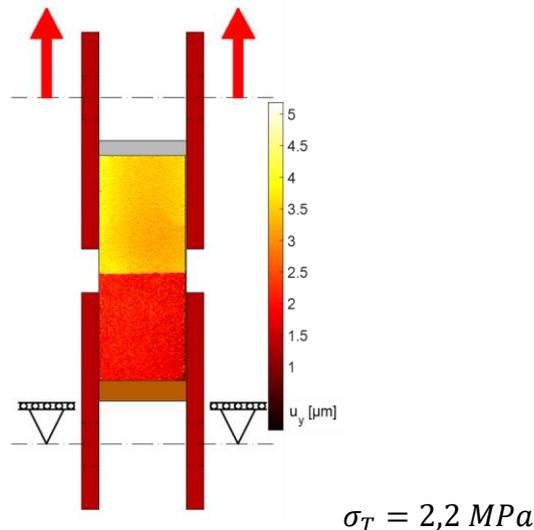


Figure 121 Champs de déplacements d'un échantillon composite fissuré

Pour les échantillons composites, seulement la fréquence d'apparition des fissures à l'interface a été comptabilisée. Pour un taux de dégradation donné, cette fréquence d'apparition de la fissuration à l'interface des composites a été considérée égale au rapport entre le nombre d'échantillons fissurés à l'interface ont été observées et le nombre total d'échantillons. Dans ce sens, un cas particulier est représenté par certains échantillons qui présentent des ruptures à l'interface, malgré qu'ils ne présentent pas des fissures visibles à l'interface sur les champs de déplacement avant la rupture. Dans le cas de ces échantillons, probablement la fissuration qui précède la rupture se produit sur la face opposée à celle filmée. En fait, il est possible que la fréquence d'apparition mesurée de la fissuration à l'interface soit inférieure à la proportion réelle des échantillons fissurés à l'interface, car les fissures qui apparaissent sur la face opposée à celle observée ne sont pas visibles. Pourtant, afin d'offrir un aperçu plutôt qualitatif de l'occurrence de la fissuration à l'interface, la Figure 122 présente l'évolution de la fréquence d'apparition des fissures à l'interface des échantillons composites en fonction du taux de dégradation chimique. Sur la même figure, l'évolution de la fréquence d'apparition des ruptures à l'interface des composites en fonction du taux de dégradation chimique est présentée aussi.

Dans cette figure, on remarque que sur des échantillons sains et avec un taux de dégradation chimique inférieur ou égal à 24%, le taux d'apparition de la fissuration et de la rupture à l'interface est limité à 10%. Ensuite, les taux d'apparition de la fissuration et de la rupture à l'interface augmentent jusqu'à arriver à 100% pour un taux de dégradation chimique de 76%. La croissance plus rapide du taux d'apparition de la fissuration s'explique par le fait qu'une partie des échantillons présentent des fissures à l'interface mais des ruptures dans la pâte.

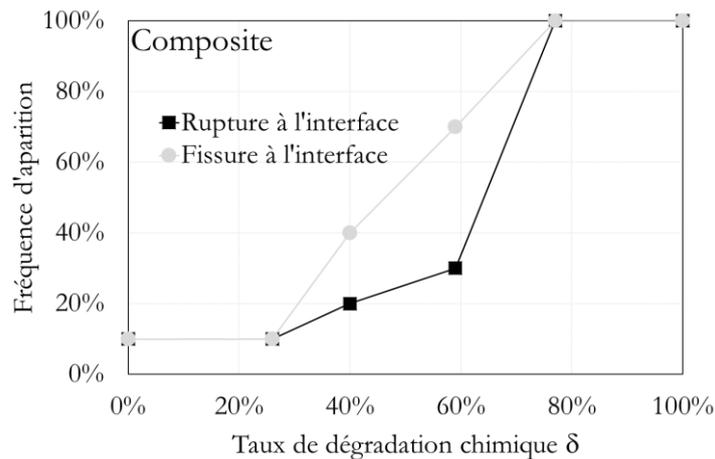


Figure 122 Évolution du pourcentage des échantillons composites fissurés et rompus à l'interface

Afin de réaliser un bilan du comportement de la liaison pâte de ciment/granulat soumise à la lixiviation, la Figure 123 illustre de manière globale la perte d'adhésion en fonction du taux de dégradation chimique. Par conséquent, sur cette figure, plusieurs grandeurs caractéristiques pour le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat sont représentées. Ces grandeurs sont liées aussi à la pâte. Il s'agit du rapport entre le module d'Young du composite réel et celui du composite idéal, le rapport entre la contrainte à la rupture du composite et celle de la pâte, ainsi que de la fréquence d'apparition de la rupture à l'interface des composites.

Dans cette figure, on observe que la perte d'adhésion est progressive et se manifeste simultanément sur les trois grandeurs concernées.

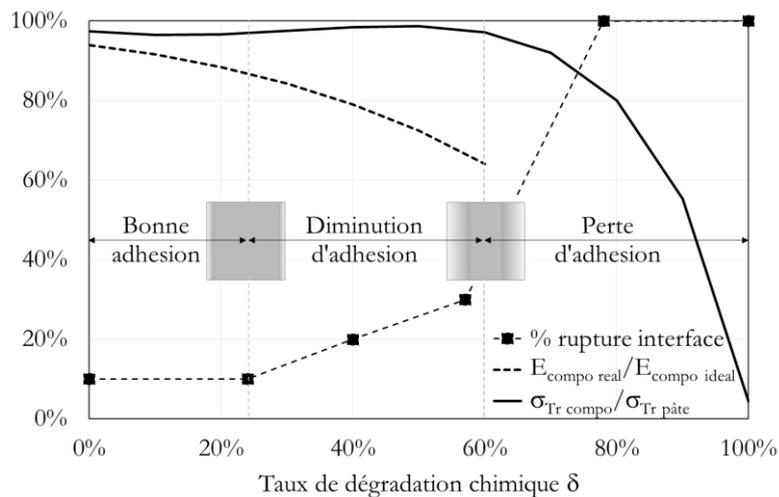


Figure 123 Perte d'adhésion entre la pâte de ciment et le granulat en fonction du taux de dégradation chimique

Au début, pour des taux de dégradation chimique inférieurs à 24%, la qualité de l'adhésion pâte de ciment/granulat a été qualifiée comme « bonne ». Dans cette étape, la perte de module d'Young est limitée et la rupture des composites se produit dans la pâte dans 90% des cas pour des contraintes similaires à celles rencontrées pour les échantillons en pâte.

Ensuite, pour des taux de dégradation chimiques entre 25% et 60%, une diminution de l'adhésion entre la pâte de ciment et le granulat commence à être ressentie. La décroissance du module d'Young du composite réel s'accélère, tandis que la fréquence d'apparition des ruptures à l'interface des composites augmente. Pourtant, les valeurs des contraintes à la rupture des composites restent proches de celles de la pâte.

Finalement, pour des taux de dégradation chimiques supérieurs à 60%, la pré fissuration avant le chargement est observée à l'interface pâte/granulat, tandis que la rupture des composites se produit à l'interface pour des contraintes inférieures aux celles de la pâte. La perte d'adhésion est complète pour un taux de dégradation chimique de 100% quand la contrainte à la rupture du composite est infime.

Par la suite, une comparaison peut être faite entre les résultats obtenus dans cette étude et ceux obtenus par Jebli et al. (2018b) qui a réalisé une campagne d'essai sur des échantillons en pâte et composites à la même échelle. La différence entre cette étude et la présente consistait dans le fait que, dans l'étude mentionnée, une formulation propre aux bétons ordinaires a été utilisée : ciment CEM II LL 32.5, rapport e/c de 0,5 et granulats calcaires. Dans le cas de cette étude, les contraintes à la rupture des échantillons en pâte (2,4 MPa à l'état sain) et composites (1,7 MPa à l'état sain) étaient visiblement inférieures par rapport à celles obtenues dans la présente étude, tandis que la totalité des composites ont présenté des ruptures à l'interface. Une autre différence importante a été remarquée dans l'évolution des propriétés mécaniques des échantillons dégradés. Une chute importante des modules d'Young et des contraintes à la rupture a été observée pour des taux de dégradation chimiques réduites, mais cette tendance s'est atténuée pour des taux de dégradation chimiques plus grandes. Donc, en comparant les résultats des deux études, on observe que l'utilisation d'un ciment avec une classe de résistance supérieure et la réduction du rapport e/c ont eu un effet bénéfique sur la qualité de la liaison pâte/granulat soumise à la lixiviation.

#### **4.4.3. Conclusion**

Cette section a mis en évidence la nature de l'effet de la dégradation chimique par lixiviation sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et des composites pâte/granulat à l'échelle locale.

Des différences qui ont été remarquées entre la dégradation chimique de la pâte de ciment et celle de l'ITZ se sont reflétées sur le comportement mécanique des échantillons en pâte de ciment et composites. La dégradation chimique de l'ITZ a été plus prononcée que celle du cœur de la pâte de ciment à cause de la forte dissolution chimique de la portlandite qui se trouve en excès dans l'ITZ à l'état sain. La forte dissolution au niveau de l'ITZ a comme conséquence une augmentation importante de la porosité qui avait généré une légère accélération de la cinétique de dégradation.

En ce qui concerne le comportement mécanique, la lixiviation a généré une décroissance importante du module d'Young et de la contrainte à la rupture des composites. Entre autres, cela est surtout une conséquence de la dissolution chimique importante qui se produit dans l'ITZ. A la fois, l'augmentation de la porosité fait diminuer l'adhésion au sens large, mais des microfissures peuvent apparaître aussi ponctuellement. Dans ces conditions, la décroissance des propriétés mécaniques du composite est plus importante que celle de la pâte et culmine avec une perte d'adhésion complète de l'interface dans la zone dégradée. Dans un cadre plus général, il a été observé aussi que l'ampleur de la perte d'adhésion peut être influencée par le type de ciment et le rapport e/c.



## 4.5. Conclusion générale de la partie résultats

Dans ce chapitre, des analyses à l'échelle de la microstructure et des essais mécaniques à l'échelle locale ont servi à interpréter le comportement mécanique de la pâte et de la liaison pâte/granulat. La stratégie adoptée a été d'évaluer l'effet de l'ITZ sur le comportement mécanique de la liaison pâte de ciment/granulat à l'état sain et dégradée, en prenant la pâte de ciment comme référence.

Dans ce sens, la configuration de base choisie est représentée par les échantillons parallélépipédiques en pâte et composites coulés verticalement, dont le comportement a été analysé à l'état sain et dégradée. Le reste des échantillons a été employé seulement pour des essais mécaniques à l'état sain, afin de vérifier certains aspects observés sur la configuration de base ou rajouter des compléments d'informations utiles dans l'interprétation du phénomène général.

Le premier aspect abordé a été la cinétique de dégradation de la pâte de ciment et de l'ITZ, grâce à la mesure des épaisseurs dégradées par analyse d'image pour plusieurs durées de dégradation. Cela a permis le calcul des taux de dégradation chimiques, utilisé en tant que variable caractéristique pour l'état de dégradation chimique. Du fait d'un caractère diffusif de la propagation de la dégradation chimique, la cinétique de dégradation de la pâte est proportionnelle à la racine carrée du temps. Quant à celle de l'ITZ, elle suit initialement une tendance similaire à celle de la pâte, mais s'accélère légèrement après un seuil critique pour atteindre une différence relative maximum de 10%. L'accélération de la cinétique de dégradation de l'ITZ par rapport à la pâte est probablement une conséquence de l'augmentation de la diffusivité générée suite à la dissolution chimique, notamment celle de la portlandite.

Afin de compléter la caractérisation de la dégradation chimique, la détermination de la cinétique de dégradation a été accompagnée par une analyse de la dissolution chimique, grâce à des mesures effectuées par EDS. La dissolution chimique a été évaluée à travers la distribution spatiale des rapports Ca/Si dans la microstructure de la pâte et de l'ITZ. Ces observations ont été conduites sur des échantillons composites pour une seule durée de dégradation. Donc, à travers la distribution spatiale des rapports Ca/Si dans les zones saines et dégradées, les valeurs des épaisseurs dégradées mesurées par analyse d'image ont été confirmées. Par ailleurs, à travers la même distribution spatiale des rapports Ca/Si, au niveau de la zone dégradée de la pâte et de l'ITZ, l'existence d'une zone intermédiaire et d'une zone fortement dégradée ont été révélées. En ce qui concerne l'ampleur de la dissolution chimique, on a constaté que la décalcification prononcée dans la zone dégradée de l'ITZ est la conséquence d'une dissolution importante de la portlandite.

Après la caractérisation de la dégradation chimique, toujours à l'échelle de la microstructure, la micro-indentation a été utilisée pour investiguer l'effet de la lixiviation sur le module d'Young dans la zone dégradée de la pâte. Les résultats montrent une corrélation évidente entre le niveau de gris mesuré par analyse d'image, le rapport Ca/Si et le module d'Young. Donc, par analogie d'après les niveaux de gris, on considère que la zone dégradée de l'ITZ et de la pâte est formée par une zone intermédiaire avec une rigidité moyenne décroissante et une zone fortement dégradée avec rigidité réduite.

A l'échelle locale, les essais de traction et cisaillement ont été réalisés pour évaluer l'effet de l'ITZ sur le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat, à travers les courbes contrainte/déformation. Cet effet de l'ITZ se manifeste par l'existence des liaisons moins rigides et moins résistantes par rapport à la pâte de ciment. Cette affirmation a un caractère plutôt qualitatif, et pas quantifiable pour l'instant, car dans certains cas, des mesures supplémentaires sont nécessaires pour accéder aux modules d'élasticité, ainsi qu'à la contrainte à la rupture de la pâte et

de l'ITZ. Dans ce contexte, tenant compte de la difficulté de la mesure des très petites déformations, la question de la fiabilité des résultats s'est posée. Malgré une dispersion assez importante, la fiabilité des valeurs moyennes des modules d'élasticité a été confirmée sur les échantillons parallélépipédiques soumis au cisaillement et à travers les essais sur échantillons en Y inversé. Une information complémentaire est représentée par la différence visible entre la qualité de la liaison pour les composites coulés verticalement et pour ceux coulés horizontalement.

En ce qui concerne les échantillons dégradés, seuls des essais de traction sur des échantillons en pâte et composites coulés verticalement ont été réalisés. L'évolution du comportement mécanique des échantillons a été analysée en fonction du taux de dégradation chimique. Ce taux de dégradation chimique est le rapport entre l'aire de la zone dégradée et l'aire totale de la section transversale. En termes de rigidité, l'influence de l'ITZ s'est matérialisée par l'assouplissement de la liaison pâte/granulat qui s'accroît suite à la dégradation chimique. Cet aspect est révélé par l'évolution du module d'Young du composite en fonction du taux de dégradation chimique, qui subit une décroissance supérieure à celui de la pâte à cause de la dissolution importante dans l'ITZ. À part cela, tenant compte que le module d'Young a été mesuré par micro-indentation et essais mécaniques, une comparaison a été faite entre les valeurs obtenues par ces deux méthodes. Malgré le fait que les valeurs moyennes obtenues par les deux types d'essai sont rapprochées, la dispersion plus importante des valeurs obtenues par essai de traction indique une surestimation générée par les incertitudes liées à la mise en place.

En ce qui concerne les contraintes à la rupture, on a observé que celles des composites décroissent plus rapidement en fonction de taux de dégradation chimique que celles de la pâte. Pour les échantillons en pâte, l'évolution de la contrainte à la rupture présente une dépendance quasi linéaire du taux de dégradation chimique. Sa décroissance relativement lente est favorisée probablement par une fissuration peu profonde. En revanche, pour les échantillons composites, la contrainte à la rupture moyenne est rapprochée de celle de la pâte jusqu'à un certain taux de dégradation critique. Ce taux de dégradation chimique critique correspond à l'apparition de la pré-fissuration et à la localisation des ruptures à l'interface pâte/granulat. Après ce taux de dégradation critique, la perte de contrainte à la rupture des composites s'accroît plus que celle de la pâte, probablement due à une profondeur supérieure de la fissuration. Finalement, la perte d'adhésion pâte/granulat est complète au moment où l'ITZ est dégradée en intégralité.

En perspective, suite aux observations réalisées à partir des essais mécaniques réalisés dans la présente étude, des nouvelles configurations sont proposées dans les annexes de ce document. Les principes de ces configurations sont présentés et peuvent faire l'objet des prochaines études.

## **5. Conclusion générale**

La lixiviation du béton, à l'instar d'autres phénomènes de nature chimique, introduit des changements dans la microstructure et conduit à une pathologie qui réduit la durabilité des structures. Dans le béton, surtout lorsqu'il s'agit d'un béton dégradé, l'ITZ qui se forme entre la pâte de ciment et le granulat est une zone aux propriétés mécaniques faibles, ce qui affecte la liaison pâte/granulat. Cependant, du fait de la difficulté de se focaliser sur cette zone, le comportement mécanique du béton à l'échelle locale de la liaison pâte/granulat demeure insuffisamment exploré. Une meilleure appréciation du comportement mécanique des structures en béton nécessite donc une meilleure connaissance des phénomènes qui se produisent à cette échelle locale.

Dans ce contexte, cette thèse a pour ambition d'explorer l'effet de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale, en analysant et en évaluant également les limites des méthodes expérimentales d'investigation utilisées. Ce sujet de recherche n'est pas pour autant complètement inexploré, car les caractéristiques de base du scénario de lixiviation ont déjà été mises en évidence, essentiellement grâce à des observations à l'échelle macroscopique. En fait, la lixiviation implique une dissolution partielle de la matrice cimentaire. Les conséquences de cette dégradation sont amplifiées par l'ITZ qui favorise l'accélération de la cinétique de dégradation et est atteinte par une dissolution chimique importante. Malgré le fait que cette phénoménologie générale est connue, une investigation focalisée sur la liaison pâte/granulat est nécessaire afin d'amener un regard plus local sur l'ampleur des effets de la lixiviation sur les propriétés mécaniques.

Un protocole expérimental a été mis en œuvre pour permettre la caractérisation de la dégradation chimique et du comportement mécanique du matériau. Ce protocole expérimental est fondé sur des bases avancées dans la thèse de Jebli (2016). Dans la présente étude, ce protocole a évolué pour étendre le champ d'investigation aux relations qui existent entre l'avancement de la dégradation chimique et la diminution des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte. Cet objectif a été facilité par l'emploi d'échantillons avec une géométrie spécifique pour permettre la mesure de l'aire de la zone dégradée, ainsi que des niveaux de sollicitation mécanique moyenne sur la section transversale. Il s'agit d'échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment/granulat avec une section transversale carrée de  $10 \times 10 \text{ mm}^2$ , sous deux formes différentes : des échantillons parallélépipédiques et des échantillons en forme de Y inversé. Les échantillons composites parallélépipédiques ont été fabriqués avec deux orientations différentes par rapport au sens de coulage : composites coulés en position verticale et en position horizontale. La deuxième orientation a été utilisée pour simuler le ressuage dans le béton réel. La dégradation chimique a été obtenue en utilisant le nitrate d'ammonium comme solution agressive pour permettre une accélération de la dégradation par rapport au scénario réel, mais également une propagation similaire. Cette dégradation a été appliquée d'une manière unidirectionnelle, pour la configuration parallélépipédique, aux échantillons en pâte de ciment et composites coulés en position verticale.

Dans le cadre général de l'exploration du comportement chimique et mécanique du béton à l'échelle locale, le premier aspect abordé a été la cinétique de dégradation de la pâte et de l'ITZ. La détermination de la cinétique de dégradation a été rendue possible grâce à la mesure des épaisseurs dégradées sur des sections transversales pour plusieurs durées de dégradation. Ceci a été fait grâce au contraste entre les niveaux de gris observés entre les zones saine et la zone dégradée, qui a permis la mesure des épaisseurs dégradées pour plusieurs durées de dégradation suite à l'analyse des images numériques des sections transversales. Ce type d'analyse a été complété par l'analyse des concentrations chimiques, réalisées par MEB EDS. Cela a permis la confirmation de l'épaisseur dégradée obtenue par analyse d'image, ainsi que l'évaluation de la dissolution du Calcium dans l'ITZ et dans la pâte. Ensuite, afin de mettre en évidence l'effet de la dégradation chimique sur une propriété mécanique de la pâte, la micro-indentation a été employée pour déterminer l'évolution

du module d'Young dans la zone dégradée. L'analyse des essais de micro-indentation est aussi utile dans l'optique de l'aspect multi-échelle car elle permet le calcul d'une grandeur, le module d'Young, obtenu également suite au traitement des essais mécaniques à l'échelle locale.

Ces essais de traction et cisaillement ont été réalisés sur des échantillons en pâte et composites et couplés avec la Corrélation d'Images Numériques (CIN) pour le calcul des champs de déplacements et de déformations. La mesure des déplacements et des déformations par CIN a été réalisée à l'aide d'une caméra haute résolution, afin d'obtenir une précision suffisante dans la mesure des déformations ponctuelles. Une attention particulière a été accordée à l'essai de traction afin de réduire la dispersion des résultats, en utilisant des accessoires supplémentaires pour diminuer les défauts géométriques et minimiser leur impact sur les résultats expérimentaux. Les essais de cisaillement sur des échantillons parallélépipédiques et sur des échantillons en forme de Y inversé ont été réalisés surtout pour comparer leurs résultats avec ceux obtenus lors des essais de traction.

Les résultats obtenus suite aux analyses évoquées ci-dessus ont été interprétés principalement en comparant les propriétés de la pâte et de la liaison pâte/granat, en commençant avec la cinétique de dégradation. En ce qui concerne la cinétique de dégradation de la pâte de ciment, l'épaisseur dégradée suit une évolution proportionnelle à la racine carrée du temps ; le facteur de proportionnalité étant cohérent avec les valeurs indiquées dans la littérature. Quant à l'ITZ, l'épaisseur dégradée présente initialement une évolution similaire à celle de la pâte de ciment, mais qui s'accélère après un point critique. La différence relative maximale entre l'épaisseur dégradée de la pâte et celle de l'ITZ est d'environ 10%, lorsque l'ITZ est dégradée en intégralité. Cette accélération de la cinétique de dégradation de l'ITZ est probablement un effet de l'augmentation de la diffusivité générée après la dissolution importante.

L'analyse de la dissolution chimique a été réalisée afin de comparer l'ampleur et la répartition de la dissolution du Calcium dans la zone dégradée de l'ITZ et de la pâte. Cette analyse a été effectuée sur des échantillons composites coulés verticalement pour une seule durée de dégradation. Cette durée de dégradation est celle pour laquelle les différences entre l'épaisseur dégradée de la pâte et celle de l'ITZ ont commencé à croître. L'indicateur choisi pour illustrer l'état de dégradation chimique a été le rapport molaire Ca/Si, dont la distribution le long des profils linéaires a été obtenue. En principe, il a été observé que les zones dégradées de l'ITZ et de la pâte sont formées par une zone fortement dégradée et par une zone dégradée intermédiaire. Dans la zone fortement dégradée, les rapports Ca/Si sont réduits, tandis que dans la zone intermédiaire, les rapports Ca/Si présentent une variation prononcée entre les valeurs réduites rencontrées dans la zone fortement dégradée et les valeurs élevées rencontrées dans la zone saine. À l'aide de ces informations, premièrement, la délimitation des trois zones de dégradation a permis la confirmation des épaisseurs dégradées mesurées par analyse d'image. Deuxièmement, la distribution des valeurs des rapports Ca/Si ponctuels a indiqué une dissolution plus élevée de la portlandite au niveau de l'ITZ par rapport à la pâte de ciment.

Par la suite, une première illustration de l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la pâte a été obtenue en comparant l'évolution des niveaux de gris, du rapport Ca/Si et du module d'Young obtenu par micro-indentation. En comparant les évolutions de ces trois grandeurs, une corrélation évidente entre elles a été notée. Ces évolutions se manifestent par des allures similaires dans la zone fortement dégradée, et dans la zone dégradée intermédiaire. En effet, du fait de la corrélation entre niveau de gris et module d'Young, l'analyse d'images indique pour tous les échantillons, autant dans la pâte que dans l'ITZ, l'existence de zones fortement dégradées et dégradées intermédiaires. Pourtant, la décroissance du module d'Young au niveau de l'ITZ est

probablement plus importante que celle au niveau de la pâte, à cause de la dissolution chimique plus importante. Cet aspect peut être vérifié suite aux essais mécaniques à l'échelle locale sur des échantillons en pâte et composites.

En ce qui concerne les essais mécaniques, ils ont été réalisés dans un premier temps à l'état sain dans toutes les configurations pour investiguer globalement les particularités du comportement mécanique de la liaison pâte/granulat et de la pâte. La détermination des modules élastiques et des contraintes à la rupture des échantillons a été réalisée à partir des courbes contrainte/déformation obtenues dans les zones d'intérêt sollicitées en traction ou en cisaillement. Comme règle générale, l'effet de l'ITZ se manifeste aux interfaces pâte/granulat par des modules d'Young et de cisaillement et des contraintes à la rupture inférieurs par rapport à la pâte. L'effet de l'orientation du coulage est visible, car la liaison pâte/granulat des composites coulés horizontalement est moins rigide et moins résistante que celle des composites coulés verticalement. Ces observations ont été complétées par l'analyse de l'état de déformation sur toute la face analysée de l'échantillon. Ces champs de déformations ont indiqué la présence des déformations attendues au niveau des zones d'intérêt, mais aussi des déformations importantes au niveau des zones de chargement qui, dans certains cas, accélèrent la rupture.

En ce qui concerne les essais de cisaillement sur échantillons en forme de Y inversé, leurs résultats ont servi à confirmer ceux obtenus par les autres types d'essai. Les modules de cisaillement mesurés sur les échantillons en pâte et composites en forme de Y inversé sont en accord avec ceux mesurés sur d'autres types d'essai, confirmant dans un premier temps les valeurs obtenues grâce à la CIN. De plus, sur les échantillons en forme de Y inversé, la valeur moyenne du module d'Young de la pâte, obtenue en traction ainsi que l'effet assouplissant de l'ITZ sur la liaison pâte/granulat ont été confirmés à travers une simulation dans le domaine élastique.

Par la suite, l'effet de la lixiviation sur le comportement mécanique de la pâte et de la liaison pâte/granulat a été analysé suite à des essais de traction sur échantillons parallélépipédiques en pâte et composites coulés verticalement. Cette configuration a été choisie afin d'appliquer la sollicitation mécanique la plus agressive pour le matériau (traction). Le composite coulé verticalement a été préféré pour pouvoir préserver l'adhésion entre pâte et granulat pour des états de dégradation élevés.

L'évolution des propriétés mécaniques a été analysée en fonction de l'avancement de la dégradation chimique pour plusieurs durées de dégradation. La grandeur choisie pour caractériser l'avancement de la dégradation est le taux de dégradation chimique. Cette grandeur est égale au rapport entre l'aire de la zone dégradée et l'aire totale de la section transversale. Son calcul a été possible grâce à la connaissance des épaisseurs dégradées. Pour l'échantillon composite, le taux de dégradation chimique correspondant a été calculé à l'interface, et considéré représentatif pour l'ITZ.

Ainsi, les évolutions des modules d'Young et des contraintes à la rupture des échantillons en pâte et composites ont été obtenues en fonction du taux de dégradation chimique. La décroissance du module d'Young du composite en fonction du taux de dégradation chimique est plus importante que celle de la pâte. Cela est une conséquence de la dissolution chimique importante au niveau de l'ITZ, qui fait augmenter la porosité générale à ce niveau, mais peut mener à l'apparition de microfissures ponctuelles. Une comparaison entre les modules d'Young de la pâte saine et dégradée obtenus par micro-indentation et par essais de traction confirment les valeurs moyennes obtenues, qui sont proches (moins de 10% d'écart). En revanche, la dispersion des modules d'Young obtenus par essais de traction est amplifiée par l'influence de l'incertitude sur les conditions de mise en place.

En ce qui concerne les contraintes à la rupture de la pâte et des composites, leurs évolutions en fonction du taux de dégradation chimique ont été analysées en se référant à la fissuration, qui est observée sur les champs de déplacements. Sur les échantillons en pâte, la contrainte au moment de l'initiation de la fissuration présente une décroissance accentuée en fonction du taux de dégradation chimique. Cette contrainte à la fissuration atteint même la valeur nulle quand les échantillons deviennent préfissurés avant le chargement. Pourtant, le fait que l'évolution de la contrainte à la rupture de la pâte présente une décroissance moins accentuée et quasi-linéaire suggère que la fissuration est limitée à une zone superficielle. Dans le cas des composites, les contraintes à la rupture suivent initialement une tendance similaire à celle de la pâte, quand les ruptures se produisent notamment dans la pâte. Cette tendance change lorsque la préfissuration apparaît à l'interface. Après le taux de dégradation chimique qui correspond à l'apparition de la préfissuration, les ruptures se produisent à l'interface pour des contraintes qui décroissent sensiblement jusqu'à la valeur nulle, pour un taux de dégradation chimique de 100%. A ce stade, la décohésion de la liaison pâte/granulat dans la zone dégradée est complète. Une observation d'ensemble du comportement mécanique des échantillons, indique que la perte d'adhésion entre pâte et composite se produit d'une manière progressive, mais accélérée. Cela est favorisé initialement par la dissolution chimique importante dans l'ITZ et ensuite par la fissuration des interfaces pâte/granulat.

Ainsi, en faisant le bilan général de l'étude, la principale conclusion porte sur le mécanisme par lequel l'ITZ influence le comportement de l'interface pâte/granulat dégradée après lixiviation. Premièrement, une accélération de la cinétique de dégradation de l'ITZ par rapport à la pâte se produit à cause de l'augmentation importante de la porosité générée par la dissolution de la portlandite. Cependant, la différence relative reste réduite. En revanche, la dégradation chimique plus prononcée de l'ITZ entraîne une diminution bien plus importante des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat par rapport à la pâte. Cela corrobore la perte d'adhésion entre pâte et granulat dans la zone dégradée.

Un deuxième volet de l'étude a concerné l'adaptation des méthodes d'investigation des paramètres d'origines chimique et mécanique du béton à l'échelle locale de la liaison pâte/granulat. Le couplage entre analyse numérique d'images et EDS a servi à déterminer l'épaisseur dégradée et la répartition de la dissolution du Calcium dans la zone dégradée. Toujours à l'échelle de la microstructure, la micro-indentation a permis de souligner une évolution similaire du module d'Young de la pâte avec celle des grandeurs mesurées par analyse d'image et EDS. A l'échelle locale, une nouvelle façon de simuler l'effet du ressuage du béton sur la liaison pâte/granulat a été proposée en faisant varier l'orientation de l'échantillon lors de la fabrication. En outre, l'analyse des champs de déplacements a permis de détecter l'apparition de la fissuration lors des essais mécaniques et le niveau d'effort pour lequel cela se produit. Suite aux observations des champs de déformations, des nouvelles configurations des essais mécaniques ont pu être proposées et sont évoquées dans les annexes de ce mémoire.

Les perspectives, liées à l'identification des paramètres mécaniques à l'échelle locale pour alimenter des modèles numériques de changement d'échelles seront abordées dans le paragraphe suivant.

## **6. Perspectives**

En perspectives, l'adaptation du protocole expérimental est envisagée pour déterminer les lois de comportement du béton à l'échelle locale (pâte, granulat, liaison pâte/granulat) sous différents scénarios (différentes formulations et différentes pathologies). Ceci est nécessaire pour permettre l'implémentation de ces lois de comportement dans des modèles numériques, une fois les paramètres mécaniques caractérisés.

L'utilisation des techniques d'observation optique pour estimer l'évolution des propriétés mécaniques de la pâte et de l'ITZ peut contribuer à simplifier la procédure expérimentale, mais elle nécessite une validation par des analyses supplémentaires. Cette perspective est basée sur l'observation, faite dans cette étude, que l'évolution du niveau de gris dans la zone dégradée de la pâte de ciment est similaire à celle du module d'Young. L'avantage de cette approche consisterait dans la possibilité d'utiliser une mesure technique simple, l'observation optique, pour estimer des grandeurs dont la mesure implique habituellement nettement plus de contraintes. Une validation sur des lots représentatifs d'échantillons pourrait permettre l'extrapolation des résultats sur une palette plus large de cas.

A l'échelle locale, la détermination des lois de comportement de la pâte et de la liaison pâte/granulat en traction et en cisaillement est envisagée à moyen terme. Dans ce contexte, un défi serait d'obtenir des ruptures par des sollicitations simples (traction ou cisaillement). Une telle configuration permettrait la détermination des résistances mécaniques de la pâte et de la liaison pâte de ciment/granulat. Dans cette perspective, une nouvelle configuration pour l'essai de traction sur la pâte et sur les composites est présentée dans l'Annexe B.

Dans le cadre du programme de recherche actuel, d'autres types d'essais qui comprennent des sollicitations complexes sont en cours. L'objectif de ces essais est de déterminer le critère de rupture de la pâte de ciment et de la liaison pâte/granulat, ainsi que l'énergie de fissuration. Au cours de cette étude, il a été remarqué que la difficulté de réalisation d'essais mécaniques fiables réside surtout dans la maîtrise des conditions aux limites expérimentales. Dans ce contexte, afin de faciliter la réalisation des essais mécaniques, un nouveau dispositif d'essai a été conçu. Le dispositif conçu pour répondre aux demandes évoquées est un banc d'essai modulable qui est décrit plus amplement dans l'Annexe C.

Le principe de ce banc consiste dans possibilité de réaliser plusieurs types d'essais sur un même cadre de base en adaptant le support d'appui et le système de chargement. Les avantages de ce dispositif sont la maîtrise des conditions aux limites (chargement et appuis), et l'observation de l'échantillon dans son ensemble. Hormis le chargement vertical actif suivant l'axe  $yy$ , un confinement horizontal passif suivant l'axe  $xx$  est possible. Ce dispositif permet la réalisation des essais de flexion, cisaillement, compression et le suivi de la fissuration dans différentes configurations géométriques. Ce dispositif est actuellement utilisé pour des essais de flexion à position modulable afin d'étudier la fissuration et la rupture des échantillons en mode mixte de traction et cisaillement (Figure 124).

En ce qui concerne l'implémentation des lois de comportement obtenues expérimentalement dans le modèle qui simule le comportement du béton à des échelles plus grandes, elle dépend aussi de la qualité du matériau modèle et de sa bonne représentation du matériau réel. Afin de comparer les deux cas, des analyses à l'échelle de la microstructure peuvent être réalisées. Une autre façon de réduire l'écart entre les propriétés des échantillons utilisés pour l'étude expérimentale et celles du béton réel, est de réaliser des échantillons en mortier et composites mortier/granulats. Ce type d'échantillons permettrait d'obtenir une disposition spatiale de la pâte et du granulat plus proche

de celle du béton. Cette démarche peut être utile pour valider les observations effectuées dans le cas plus simple des échantillons en pâte et composite pâte/granulat.

Une autre perspective envisagée est représentée par la valorisation et l'adaptation des techniques de corrélation d'images numériques pour déterminer les paramètres élastiques de la liaison pâte/granulat. Cet aspect est problématique dans le cas des bétons de hautes performances qui présentent des épaisseurs réduites de l'ITZ et donc, des gradients de propriétés mécaniques difficiles à caractériser. Des techniques d'analyse inverse basées sur l'interprétation des champs de déplacements et de déformations peuvent servir à identifier ces paramètres. En effet, une courte simulation du comportement mécanique dans le domaine élastique des échantillons en forme de Y inversé, dans le paragraphe 4.3.3.2, représente une prise en main du problème qui est orientée dans ce sens. L'approche présentée peut s'avérer utile également pour la mesure du retrait, qui représente un aspect essentiel dans le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat, mais aussi dans celui de la pâte.

Finalement, à travers les perspectives envisagées, l'objectif à moyen terme est de valider des modèles de comportement du béton à l'échelle macroscopique. Il est prévu d'intégrer dans ces modèles les paramètres mécaniques identifiés à l'échelle locale. Dans cette perspective, une première validation intermédiaire des modèles numériques est prévue à l'échelle mésoscopique.

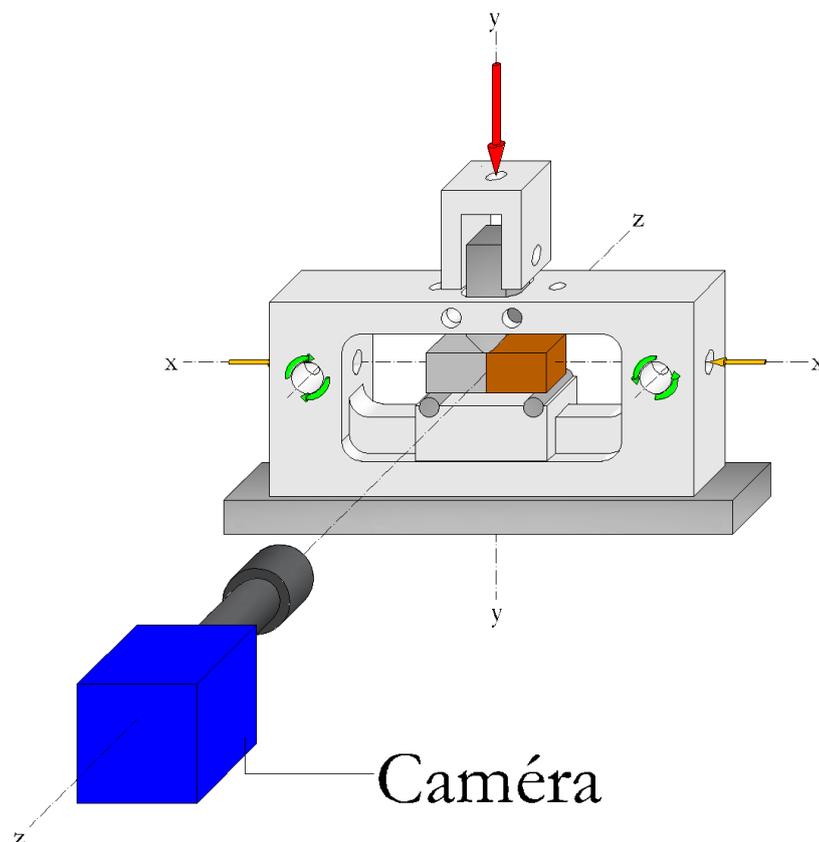


Figure 124 Banc d'essai modulable, utilisé pour un essai de flexion à position variable

# Annexe A. Fiche technique du ciment utilisé

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



Version du : 06/02/2017  
N° DoP : 0333-CPR-1501

<b>Fiche produit</b>	<b>BEFFES</b> CEM I 52.5 R CE CP2 NF
----------------------	---

Caractéristiques physiques et mécaniques						Caractéristiques chimiques en %							
Compression en MPa			Début de prise en mn à 20°C	Stabilité en mm	Q41h en J/g	Perte au feu	1.3	R.I.	0.2	CaO	-	MgO	-
2J	7J	28J				Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	SO <sub>3</sub>	3.7	Cl-	0.03	S-	<0,02
43	-	66				3H15	1	-	C <sub>3</sub> A	-	C <sub>3</sub> A+0.27xC <sub>3</sub> S	-	C <sub>4</sub> AF+2xC <sub>3</sub> A

Composition hors gypse et caractéristiques des constituants principaux et secondaires										
Constituants principaux										
Clinker (K) de Beffes	-	99.0	-	Calcaire (LL) (%)	-	Laitier (S) (%)	-	Cendres (V) (%)	-	-
CaO/SiO <sub>2</sub>	(K1)	(K)	CaCO <sub>3</sub> (%)	-	Laitier vitreux (%)	-	PF (%)	-	-	-
			Vb (g/100g)	-	(CaO+MgO)/SiO <sub>2</sub>	-	CaO R (%)	-	-	-
			TOC (%)	-	CaO+MgO+SiO <sub>2</sub> (%)	-	SiO <sub>2</sub> R (%)	-	-	-
C <sub>2</sub> S+C <sub>3</sub> S (%)	-	76	Constituants secondaires							
MgO (%)	-	2.1	Calcaire (LL) (%)	-	Laitier (S) (%)	-	Cendres (V) (%)	-	-	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	-	-	CaCO <sub>3</sub> (%)	-	Laitier vitreux (%)	-	PF (%)	-	-	
C <sub>2</sub> S (%)	-	66	Vb (g/100g)	-	(CaO+MgO)/SiO <sub>2</sub>	-	CaO R (%)	-	-	
C <sub>3</sub> S (%)	-	10	TOC (%)	-	CaO+MgO+SiO <sub>2</sub> (%)	-	SiO <sub>2</sub> R (%)	-	-	
C <sub>3</sub> A (%)	-	11	FDEC (%)	1.0	Cru (%)	-	-	-	-	
C <sub>4</sub> AF (%)	-	8								

Autres constituants (%)		Mouture	Stockage	Etablissement	Vrac	Sac
Gypse	5.4	Broyeur 1		Usine de Beffes	Oui	Oui
-	-			-	-	-
Agent de mouture	0.030	-	Cf plan de silotage	-	-	-
Agent réducteur de Cr VI	0.20	-		-	-	
-	-	-	-	-	-	
-	-	-	-	-	-	

Les valeurs indiquées sont des valeurs moyennes, elles sont modifiées annuellement ou en cas de changement important



Siège social :  
Rue des Technodes  
78930 Guerville  
Tél. : 01 34 77 73 00  
Fax : 01 34 77 73 05

SAS au capital de 503 036 525 €  
Siren 054 900 009 RCS Versailles

## Annexe B. Proposition d'une configuration d'essai de traction pour déterminer la résistance de la pâte et de la liaison pâte/granulat

L'essai de traction directe est un des méthodes les plus appropriées pour caractériser le comportement mécanique des matériaux cimentaires. Ce type d'essai peut servir à identifier les paramètres élastiques du matériau, mais aussi la résistance à la traction et l'énergie de rupture associée aux mode I de fissuration. En ce qui concerne les paramètres élastiques, les techniques de corrélation d'images peuvent être employées pour leur identification, mais elles nécessitent encore des adaptations pour l'optimisation de la précision. A part cela, pendant que la détermination de l'énergie de rupture demande une instrumentation complexe, la détermination de la résistance à la traction dépend largement de la configuration géométrique choisie.

En ce moment, dans le programme de recherche actuel, les configurations utilisées ont réussi à générer des ruptures en traction des composites pour des liaisons pâte/granulat avec des résistances assez modérées. Dans la continuité de la même démarche, pour une caractérisation plus ample du comportement en traction du béton à l'échelle locale, il serait utile d'accéder aux résistances à la traction de la pâte et des liaisons pâte/granulats.

Cet objectif est conditionné par la nécessité d'obtenir des ruptures en traction de la pâte de ciment et de la liaison pâte de ciment/granulat dans des conditions de chargement similaires. Cela implique premièrement de diriger la rupture dans la zone envisagée, tout en évitant des ruptures accidentelles au niveau des zones de transmission du chargement. Il est donc nécessaire de créer dans la zone de rupture envisagée un état de contrainte plus sévère qu'au niveau des plaques de chargement, souvent collées. Dans ce sens, une solution employée dans la littérature est d'utiliser des échantillons avec des bords arrondis pour générer des ruptures en traction pure (Ferro, 1994; Van Vliet, 2000). Cette solution a été employée pour des échantillons en béton à l'échelle macroscopique, mais peut être adaptée à un autre matériau cimentaire qui peut être considéré homogène à l'échelle locale, la pâte de ciment.

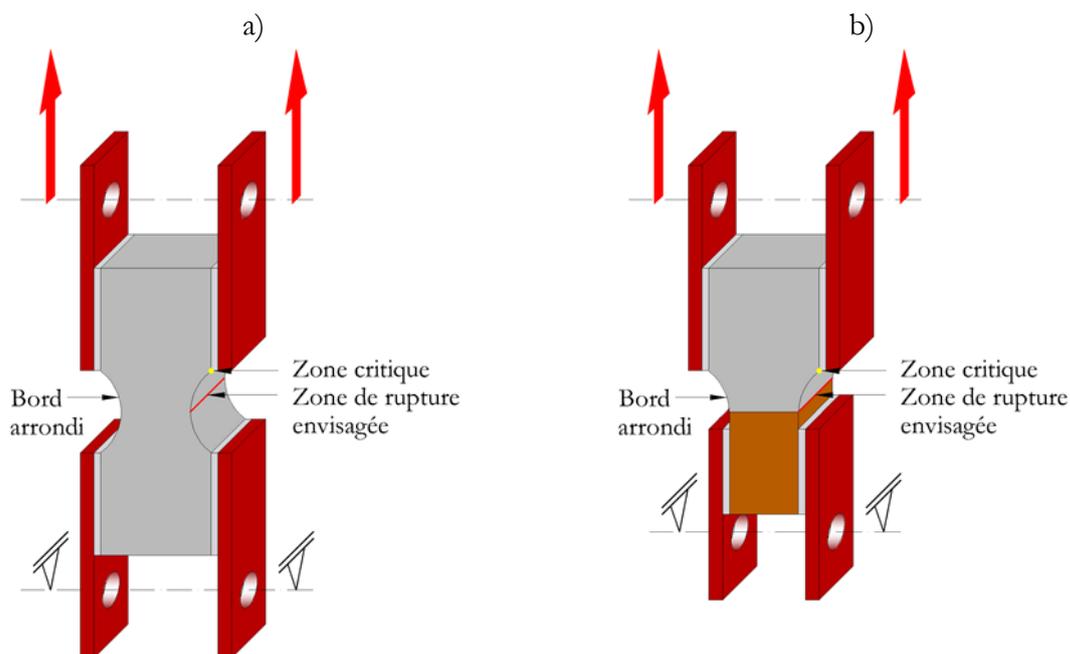


Figure 125 Configuration proposée pour l'essai de traction sur pâte (a) et sur composite (b)

À cette fin, une géométrie a été proposée pour des échantillons en pâte de ciment afin de diriger la rupture par traction pure dans la partie médiane des bords arrondies latéraux (Figure 125 a). Cette géométrie peut être adaptée à des échantillons composites afin de générer un état de contrainte similaire au niveau de la liaison pâte/granulat (Figure 125 b). Dans la pratique, il s'agit d'obtenir, pour une force de chargement donnée, la même contrainte de traction au niveau des zones de rupture de la pâte et de la liaison pâte/granulat. Or, cette exigence est vérifiée, grâce au chargement en série de la pâte, de la liaison pâte/granulat et du granulat. Il convient pourtant de préciser que, dans cette configuration, des éventuelles fissurations accidentelles des granulats peuvent être prévenues par l'utilisation des granulats rigides et résistants, susceptible d'être utilisés pour des bétons de génie civil.

A part la détermination des résistances à la traction de la pâte de ciment et des composites pâte/granulat, une autre destination de cette configuration est de permettre l'observation de la fissuration à l'intérieure de la zone dégradée. Ce genre d'observation peut être réalisé en variant le positionnement des échantillons dégradés par rapport à la caméra. Suivant une méthodologie similaire à celle employée dans cette thèse, l'observation d'une face attaquée peut servir à identifier les paramètres généraux de l'échantillon dégradé (Figure 126 a et b). En revanche, l'observation de l'échantillons suivant une direction perpendiculaire à la face attaquée peut rendre possible l'identification des profondeurs des fissures dans la zone dégradée (Figure 126 c et d).

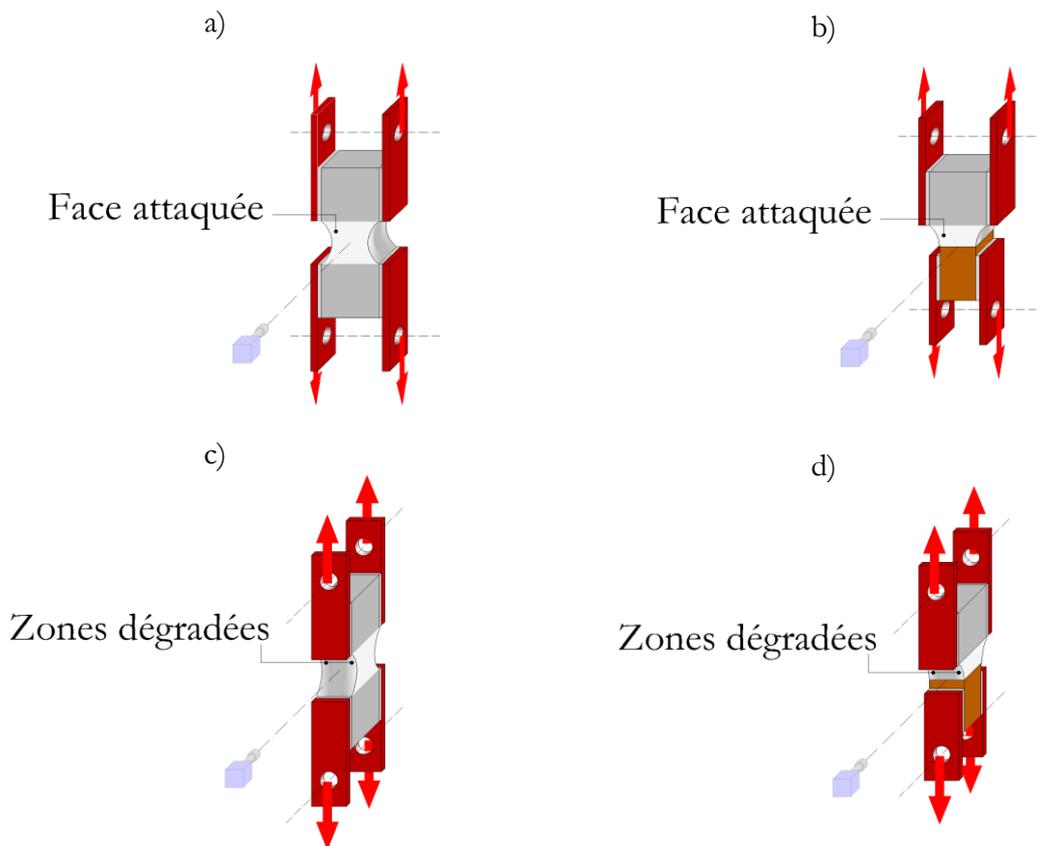


Figure 126 Observation par corrélation d'image lors de l'essai de traction des échantillons en pâte et composite pâte granulat sur la face attaquée (a et b) et dans la direction de propagation de la dégradation (c et d)

En résumant, la configuration proposée est un prototype, orienté vers la détermination de la résistance de la pâte et de la liaison pâte/granulat saines et dégradées, ainsi qu'à l'observation locale de la rupture dans la zone dégradée. La validation de cette configuration nécessite la confirmation des résultats envisagés par une campagne d'essai.

## Annexe C. Conception d'un dispositif adaptable pour des essais mécaniques complexes

Le béton, un matériau composite fragile, se caractérise par une forte hétérogénéité dans sa structure, à l'échelle de la liaison pâte de ciment/granulat. Sous chargement mécanique, la disposition spatiale aléatoire des granulats et de la pâte génère un état de contrainte par excellence multi axial. Donc, les fissures apparaissent et se propagent dans des modes mixtes. Par conséquent, la connaissance du comportement du béton à l'échelle locale demande son étude dans des conditions de chargement complexes. Cet objectif nécessite la maîtrise des conditions aux limites des échantillons essayés et leur observation dans l'ensemble. Afin de répondre à cette exigence, un banc d'essai modulable a été conçu pour permettre la variation des conditions de chargement et des géométries utilisées.

Ce banc d'essai comprend un cadre de base sur lequel les différents accessoires peuvent être associés afin de réaliser les essais mécaniques souhaités, avec une précision qui peut être évaluée. Le cadre de base est présenté dans la Figure 127.

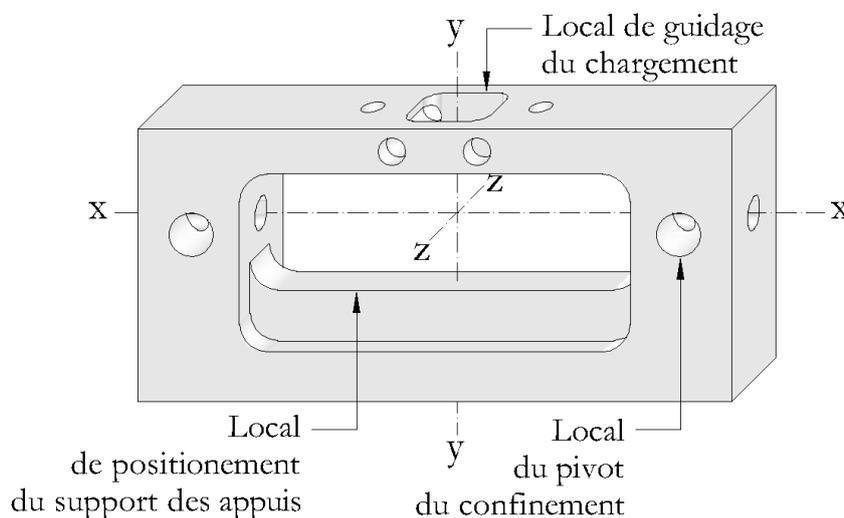


Figure 127 Cadre de base pour le banc d'essai adaptable

Ce cadre de base contient trois axes de base et trois locaux spécifiques, à savoir :

- L'axe yy – l'axe du chargement vertical actif
- L'axe xx – l'axe du chargement horizontal passif (confinement)
- L'axe zz – l'axe d'observation par corrélation d'image numérique
- Le local de guidage du chargement actif – ce local a comme fonction de limiter l'incertitude du positionnement de la pièce de chargement à  $\pm 0,15$  mm
- Le local de positionnement du support des appuis – un rail qui a la fonction de permettre la mise en place des supports d'appui adaptés à l'essai envisagé
- Le local du pivot du confinement – un alésage qui a la fonction d'abriter le pivot censé de libérer la rotation du confinement. La rotation libérée est nécessaire afin de prévenir les efforts parasites qui peuvent apparaître.

Comme il a été mentionné auparavant, l'état de contrainte dans le béton à l'échelle locale est multiaxial. Afin de simuler cet état, le dispositif permet un chargement bi axial, dans des essais de flexion et cisaillement avec confinement.

Dans le cas de l'essai de flexion avec confinement (Figure 128), la charge peut être appliquée par l'intermédiaire d'une pièce verticale qui est en contact avec l'échantillon sur une direction perpendiculaire au plan  $xy$ . Le confinement est appliqué au moyen de deux tiges filetées qui passent chacune à travers un pivot. Le rôle du pivot est de permettre la rotation du confinement simultanément avec le déplacement des extrémités de l'échantillon. Ainsi, malgré le déplacement des extrémités, la charge horizontale sera appliquée, en évitant les moments de flexion parasites. Sur un côté de l'échantillon, un capteur de force permet la mesure de la force de confinement pendant de l'essai. Le système d'appui comprend deux appuis linéaires qui bloquent la translation verticale. Dans cet essai, la mesure des déformations par CIN est faite sur une face de l'échantillon parallèle au plan  $xy$ . Globalement, cet essai peut permettre l'étude du critère de rupture de la liaison pâte/granulat.

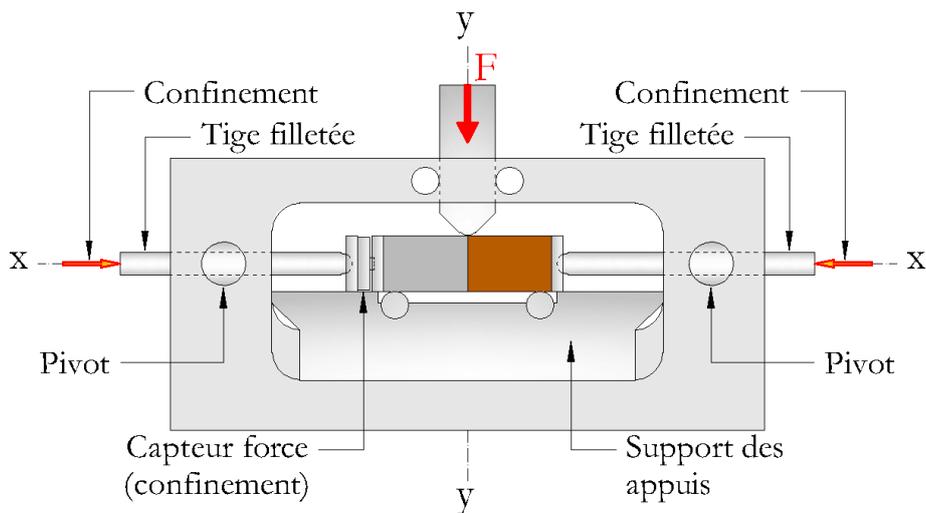


Figure 128 Essai de flexion avec confinement (vue de face)

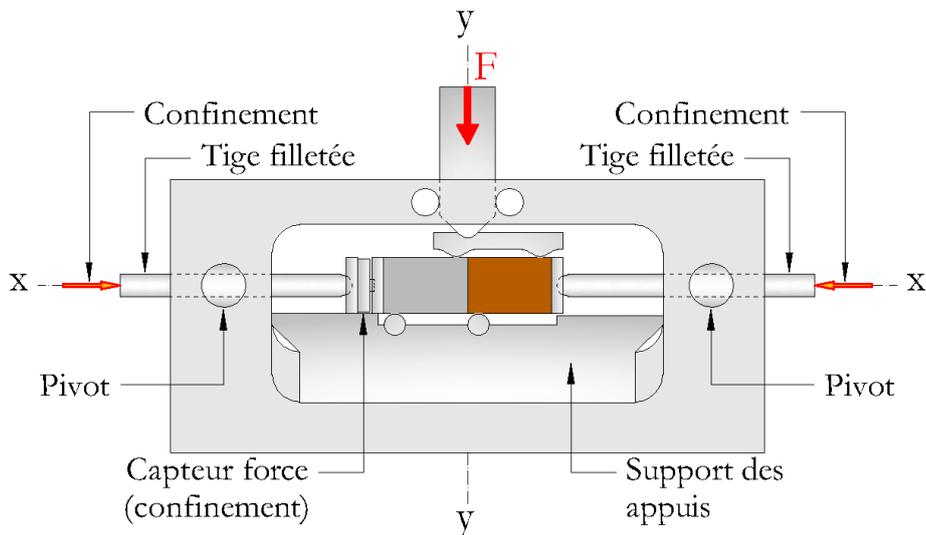


Figure 129 Essai de cisaillement avec confinement (vue de face)

L'essai de cisaillement avec confinement (Figure 129) suit le même principe de chargement, confinement et mesure de déformation que l'essai de flexion avec confinement mais se différencie par une disposition différente des appuis. L'emploi d'une poutre dans la partie supérieure permet

l'application du chargement sur deux lignes. La disposition intercalée des appuis supérieurs et inférieures génère le cisaillement dans la section médiane de l'échantillon. Pour les échantillons en pâte, l'utilisation des géométries type Iosipescu (Iosipescu et Matak, 1971) entaillées dans la section médiane permet la limitation des contraintes de traction, dans le but d'atteindre un cisaillement pur. L'essai de cisaillement confiné permet, à l'instar de la flexion confinée, l'étude du critère de rupture, mais sur un domaine de contrainte différent, en favorisant le cisaillement au détriment de la traction.

Un autre aspect fondamental qui définit le comportement mécanique du béton est la fissuration. La propagation de la fissuration se produit dans des modes différentes sous des sollicitations de traction (mode I) et/ou de cisaillement (mode II et III). Dans le cas du béton réel, les trois modes souvent coexistent. Il existe par conséquent l'intérêt d'étudier la fissuration du matériau dans des modes purs et/ou complexes. Dans ce contexte, les essais de flexion peuvent représenter une solution car la propagation s'initie sur une face de l'échantillon et se propage en profondeur jusqu'à la face opposée. Le scénario de base est représenté par un essai de flexion 3 points. Dans le cas idéal, où la charge est parfaitement centrée (Figure 130), la rupture se produit en mode 1 pure dans la section médiane. Pourtant, la fissuration se propage souvent dans des modes mixtes et cela peut être reproduit expérimentalement. La variation de l'influence des différents modes de fissuration peut être obtenues expérimentalement soit en variant la position de l'appuis (Figure 131), soit en variant à la fois les positions des appuis et de l'échantillon (Figure 132).

En conclusion, ce dispositif permet l'étude de la rupture et de la fissuration des matériaux cimentaires dans des conditions complexes de sollicitation. On mentionne que les types d'essais évoqués représentent des concepts. L'avantage de ce dispositif est représenté par son adaptabilité dans la maîtrise des conditions aux limites. Des différents types d'essais peuvent être réalisées en variant la géométrie, les conditions d'appuis et de chargement. Par exemple, ce dispositif est compatible avec la plupart des essais évoqués dans la synthèse de Van Mier and Vervuurt (1999). Des essais de flexion, cisaillement, compression et « wedge splitting » peuvent être réalisés en faisant varier des différents paramètres géométriques, tel que la forme ou l'inclinaison des interfaces des composites pâte/granulat.

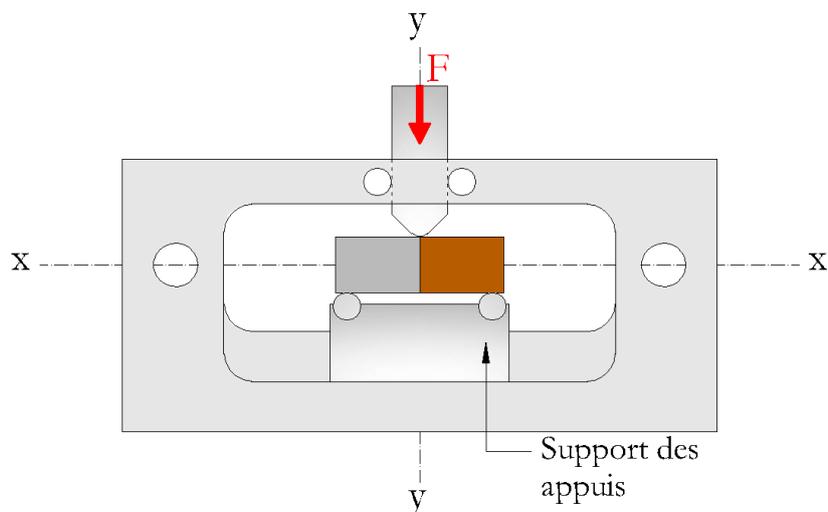


Figure 130 Essai de flexion trois points centré (vue de face)

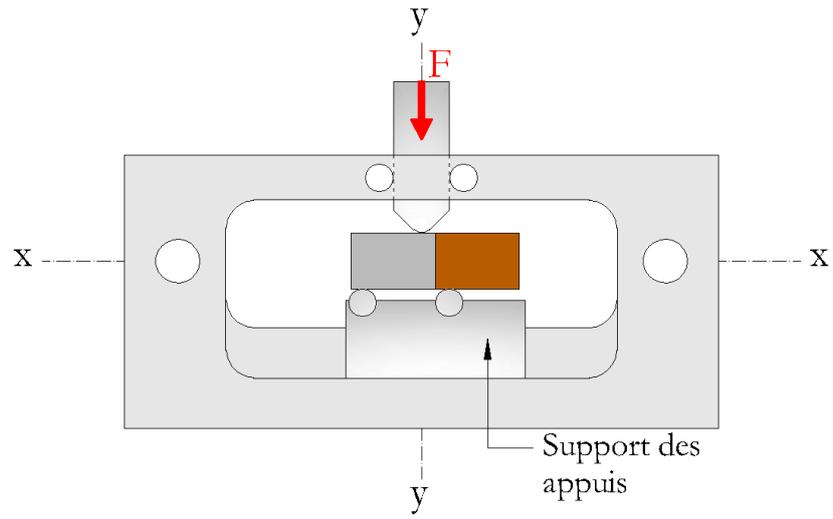


Figure 131 Essai de flexion trois points avec disposition asymétrique des appuis (vue de face)

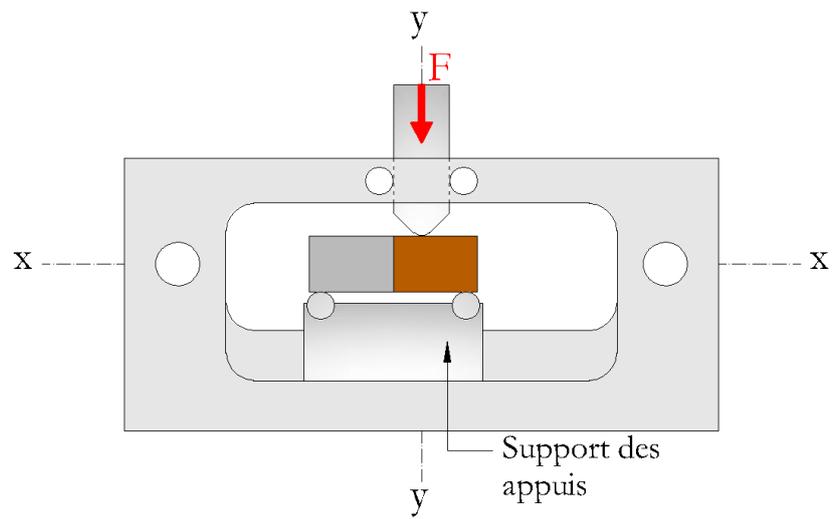


Figure 132 Essai de flexion trois points avec chargement ex centré (vue de face)

## 7. Bibliographie

- Adenot, F., 1992. Durabilité du béton : Caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du béton. Université d'Orléans.
- Adenot, F., Buil, M., 1992. Modelling of the corrosion of the cement paste by deionized water. *Bull. Seismol. Soc. Am.* 83, 5–6.
- Adenot, F., Faucon, P., 1996. Modélisation du comportement à long terme des bétons utilisés dans le stockage des déchets radioactifs, in: *International RILEM Conference on Concrete: From Material to Structure*. pp. 277–288.
- Aitcin, P., Neville, A., Acker, P., 1998. Les différents types de retrait du béton. *Bull. des ponts chaussees* 41–52.
- Alhussainy, F., Hasan, H.A., Rogic, S., Neaz Sheikh, M., Hadi, M.N.S., 2016. Direct tensile testing of Self-Compacting Concrete. *Constr. Build. Mater.* 112, 903–906. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.215>
- Allen, A.J., Thomas, J.J., Jennings, H.M., 2007. Composition and density of nanoscale calcium-silicate-hydrate in cement. *Nat. Mater.* 6, 311–316. <https://doi.org/10.1038/nmat1871>
- Bažant, Z.P., Cedolin, L., 1993. Why direct tension test specimens break flexing to the side. *J. Struct. Eng.* 119, 1101–1113.
- Bentz, D.P., Garboczi, E.J., 1991. Percolation of phases in a three-dimensional cement paste microstructural model. *Cem. Concr. Res.* 21, 325–344.
- Bentz, D.P., Garboczi, E.J., 1990. Digitised simulation model for microstructural development. *Ceram. Trans.* 16, 211–226.
- Bourdette, B., 1994. Durabilité du mortier: prise en compte des auréoles de transition dans la caractérisation et la modélisation des processus physiques et chimiques d'altération. Toulouse, INSA.
- Burlion, N., Bernard, D., Chen, D., 2006. X-ray microtomography: Application to microstructure analysis of a cementitious material during leaching process. *Cem. Concr. Res.* 36, 346–357. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.04.008>
- Burlion, Nicolas, Rougelot, T., Bernard, D., 2007. Microtomographie et fissuration : cas d'un composite ciment-verre en cours de lixiviation Abstract : 27–31.
- Burlion, N, Rougelot, T., Bernard, D., Skoczylas, F., 2007. Apport de la microtomographie pour l'étude de la fissuration des matériaux cimentaires sous lixiviation 23–25.
- Camps, G., 2008. Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d'un élément de stockage en béton. Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- Carde, C., 1996. Caractérisation et modélisation de l'altération des propriétés mécaniques due à la lixiviation des matériaux cimentaires. Toulouse, INSA.
- Carde, C., François, R., 1997a. Effect of ITZ leaching on durability of cement-based materials. *Cem. Concr. Res.* 27, 971–978.
- Carde, C., François, R., 1997b. Effect of the leaching of calcium hydroxide from cement paste on mechanical and physical properties. *Cem. Concr. Res.* 27, 539–550. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(97\)00042-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(97)00042-2)

- Carde, C., François, R., Torrenti, J.M., 1996. Leaching of both calcium hydroxide and C-S-H from cement paste: Modeling the mechanical behavior. *Cem. Concr. Res.* 26, 1257–1268. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(96\)00095-6](https://doi.org/10.1016/0008-8846(96)00095-6)
- Constantinides, G., Ulm, F., 2004. The effect of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials: Results from nanoindentation and micromechanical modeling. *Cem. Concr. Res.* 34, 67–80. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00230-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00230-8)
- Constantinides, G., Ulm, F., Vliet, K. Van, 2003. On the use of nanoindentation for cementitious materials. *Mater. Struct.* 36, 191–196.
- Corr, D., Accardi, M., Graham-Brady, L., Shah, S., 2007. Digital image correlation analysis of interfacial debonding properties and fracture behavior in concrete. *Eng. Fract. Mech.* 74, 109–121. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2006.01.035>
- Crumbie, A.K., 1994. Characterisation of the microstructure of concrete. Imperial College London (University of London).
- De Larrard, F., 2000. Structures granulaires et formulation des bétons. Laboratoire central des ponts et chaussées.
- De Larrard, F., Belloc, A., 1999. L'influence du granulat sur la résistance à la compression des bétons. *Bull. des Lab. des Ponts Chaussées*.
- de Larrard, T., 2010. Variabilité des propriétés du béton : caractérisation expérimentale et modélisation probabiliste de la lixiviation. Ecole normale supérieure de Cachan.
- Delagrave, A., Bigas, J.P., Ollivier, J.P., Marchand, J., Pigeon, M., 1997. Influence of the interfacial zone on the chloride diffusivity of mortars. *Adv. Cem. Based Mater.* 5, 86–92.
- Diamond, S., 2004. The microstructure of cement paste and concrete - A visual primer. *Cem. Concr. Compos.* 26, 919–933. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2004.02.028>
- Diamond, S., Huang, J., 2001. The ITZ in concrete - A different view based on image analysis and SEM observations. *Cem. Concr. Compos.* 23, 179–188. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00065-2](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00065-2)
- Dong, W., Wu, Z., Zhou, X., 2016. Fracture Mechanisms of Rock-Concrete Interface: Experimental and Numerical. *J. Eng. Mech.* 142, 04016040. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)em.1943-7889.0001099](https://doi.org/10.1061/(asce)em.1943-7889.0001099)
- Elsharief, A., Cohen, M.D., Olek, J., 2003. Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone. *Cem. Concr. Res.* 33, 1837–1849. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00205-9](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00205-9)
- Faucon, P., Adenot, F., Jacquinet, J.F., Petit, J.C., Cabrillac, R., Jorda, M., 1998. Long-term behaviour of cement pastes used for nuclear waste disposal: review of physico-chemical mechanisms of water degradation. *Cem. Concr. Res.* 28, 847–857.
- Ferro, G., 1994. Effetti di scala sulla resistenza a trazione dei materiali. Politecnico di Torino.
- Frech-Baronet, J., Sorelli, L., Charron, J.P., 2017. New evidences on the effect of the internal relative humidity on the creep and relaxation behaviour of a cement paste by micro-indentation techniques. *Cem. Concr. Res.* 91, 39–51. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2016.10.005>
- Gao, Y., De Schutter, G., Ye, G., Huang, H., Tan, Z., Wu, K., 2013. Characterization of ITZ in ternary blended cementitious composites: Experiment and simulation. *Constr. Build. Mater.*

- 41, 742–750. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.12.051>
- Garboczi, E.J., Schwartz, L.M., Bentz, D.P., 1995. Modeling the influence of the interfacial zone on the DC electrical conductivity of mortar. *Adv. Cem. Based Mater.* 2, 169–181.
- Gerard, B., Didry, O., Marchand, J., Breyse, D., Hornain, H., 1996. Modelling the long-term durability of concrete for radioactive waste disposals, in: *Proceedings of MRS Fall Meeting*.
- Gerard, B., Pijaudier-Cabot, G., Laborderie, C., 1998. Coupled diffusion-damage modelling and the implications on failure due to strain localisation. *Int. J. Solids Struct.* 35, 4107–4120. [https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(97\)00304-1](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(97)00304-1)
- Goldman, A., Bentur, A., 1994. Properties of cementitious systems containing silica fume or nonreactive microfillers. *Adv. Cem. Based Mater.* 1, 209–215. [https://doi.org/10.1016/1065-7355\(94\)90026-4](https://doi.org/10.1016/1065-7355(94)90026-4)
- Goldstein, J.I., Newbury, D.E., Michael, J.R., Ritchie, N.W.M., Scott, J.H.J., Joy, D.C., 2007. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. Springer.
- Grandet, J., Ollivier, J.P., 1980. Etude de la formation du monocarboaluminate de calcium hydraté au contact d'un granulat calcaire dans une pâte de ciment Portland. *Cem. Concr. Res.* 10, 759–770.
- Gu, X., Hong, L., Wang, Z., Lin, F., 2013. Experimental study and application of mechanical properties for the interface between cobblestone aggregate and mortar in concrete. *Constr. Build. Mater.* 46, 156–166. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.04.028>
- Haecker, C.J., Garboczi, E.J., Bullard, J.W., Bohn, R.B., Sun, Z., Shah, S.P., Voigt, T., 2005. Modeling the linear elastic properties of Portland cement paste. *Cem. Concr. Res.* 35, 1948–1960. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.05.001>
- Hashin, Z., Monteiro, P.J.M., 2002. An inverse method to determine the elastic properties of the interphase between the aggregate and the cement paste. *Cem. Concr. Res.* 32, 1291–1300. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00792-5](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00792-5)
- Heukamp, F., Ulm, F.-J., Germaine, J., 2002. Mechanical properties of calcium-leached cement pastes. *Cem. Concr. Res.* 31, 767–774. [https://doi.org/10.1016/s0008-8846\(01\)00472-0](https://doi.org/10.1016/s0008-8846(01)00472-0)
- Heukamp, F.H., 2003. *Chemomechanics of calcium leaching of cement-based materials at different scales: The role of CH-dissolution and CSH degradation on strength and durability performance of materials and structures*. Massachusetts Institute of Technology.
- Heukamp, F.H., Ulm, F.J., Germaine, J.T., 2003. Poroplastic properties of calcium-leached cement-based materials. *Cem. Concr. Res.* 33, 1155–1173. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00024-3](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00024-3)
- Hild, F., 2004. *Mesure de champs de déplacement par corrélation d'images et applications en mécanique des solides*.
- Hilloulin, B., Robira, M., Loukili, A., 2018. Coupling statistical indentation and microscopy to evaluate micromechanical properties of materials: Application to viscoelastic behavior of irradiated mortars. *Cem. Concr. Compos.* 94, 153–165. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.09.008>
- Huon, V., Wattrisse, B., El Youssoufi, M.S., Chrysochoos, A., 2007. Elastic behavior of anisotropic terra cotta ceramics determined by kinematic full-field measurements. *J. Eur. Ceram. Soc.* 27, 2303–2310. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.08.013>

- Igarashi, S., Bentur, A., Mindess, S., 1996. Microhardness testing of cementitious materials. *Adv. Cem. Based Mater.* 4, 48–57. [https://doi.org/10.1016/S1065-7355\(96\)90051-6](https://doi.org/10.1016/S1065-7355(96)90051-6)
- Ionescu, A., Apostu, A., Georgescu, D.P., 2019. Identifying the reference time for determining the compressive strength of concrete containing different types of cements. *Math. Model. Civ. Eng.* 15.
- Iosipescu, N., Matak, R., 1971. Method and apparatus for pure shear testing of rocks and other building materials.
- Jebli, M., 2016. Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat et application à la lixiviation. Université de Montpellier.
- Jebli, M., Jamin, F., Malachanne, E., Garcia-Diaz, E., El Youssoufi, M.S., 2018a. Experimental characterization of mechanical properties of the cement-aggregate interface in concrete. *Constr. Build. Mater.* 161, 16–25. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.100>
- Jebli, M., Jamin, F., Pelissou, C., Malachanne, E., Garcia-Diaz, E., El Youssoufi, M.S., 2018b. Leaching effect on mechanical properties of cement-aggregate interface. *Cem. Concr. Compos.* 87, 10–19. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.11.018>
- Jennings, H.M., Thomas, J.J., Gevrenov, J.S., Constantinides, G., Ulm, F.J., 2007. A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste. *Cem. Concr. Res.* 37, 329–336. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.03.021>
- Kamali, S., Gérard, B., Moranville, M., 2003. Modelling the leaching kinetics of cement-based materials - Influence of materials and environment. *Cem. Concr. Compos.* 25, 451–458. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(02\)00085-9](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(02)00085-9)
- Kamali, S., Moranville, M., Leclercq, S., 2008. Material and environmental parameter effects on the leaching of cement pastes: Experiments and modelling. *Cem. Concr. Res.* 38, 575–585. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.10.009>
- Keinde, D., Kamali-bernard, S., Cornen, M., Bernard, F., 2013. Utilisation de la micro-indentation pour la détermination des paramètres élastiques de la matrice cimentaire dans un béton traité à différentes températures. 31èmes Rencontres de l'AUGC, E.N.S. Cachan 1–10.
- Larbi, J.A., 1991. The cement paste-aggregate interfacial zone in concrete. Technische Universiteit Delft.
- Le Bellégo, C., 2001. Couplage chimie mécanique dans les structures en béton armé attaquées par l'eau--Etude expérimentale et analyse numérique. Ec. Norm. Supérieure Cachan.
- Le Bellégo, C., Gérard, B., Pijaudier-Cabot, G., 2000. Chemo-mechanical effects in mortar beams subjected to water hydrolysis. *J. Eng. Mech.* 126, 266–272.
- Le Bellégo, C., Pijaudier-Cabot, G., Gérard, B., Dubé, J.-F., Molez, L., 2003. Coupled Mechanical and Chemical Damage in Calcium Leached Cementitious Structures. *J. Eng. Mech.* 129, 333–341. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)0733-9399\(2003\)129:3\(333\)](https://doi.org/10.1061/(asce)0733-9399(2003)129:3(333))
- Le Chatelier, H.M., 1904. Recherches expérimentales sur la constitution des mortiers hydrauliques. Paris: Dunod.
- Lea, F.M., 2012. The action of ammonium salts on concrete. *Mag. Concr. Res.* 17, 115–116. <https://doi.org/10.1680/mac.1965.17.52.115>
- Lee, K.M., Park, J.H., 2008. A numerical model for elastic modulus of concrete considering interfacial transition zone. *Cem. Concr. Res.* 38, 396–402.

<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.09.019>

- Leemann, A., Loser, R., Münch, B., 2010. Influence of cement type on ITZ porosity and chloride resistance of self-compacting concrete. *Cem. Concr. Compos.* 32, 116–120. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.11.007>
- Leemann, A., Münch, B., Gasser, P., Holzer, L., 2006. Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete. *Cem. Concr. Res.* 36, 1425–1433. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.02.010>
- Lhonneur, J., Girboveanu, A., Jamin, F., Péliou, C., Monerie, Y., El Yousoufi, M.S., 2019. Étude statistique de la réponse mécanique lors d'essais de traction directe à l'échelle locale, in: 14e Colloque National En Calcul de Structures-CSMA 2019.
- Liu, M., Lu, C., Tieu, K., Yu, H., 2014. Numerical comparison between Berkovich and conical nano-indentations: Mechanical behaviour and micro-texture evolution. *Mater. Sci. Eng. A* 619, 57–65. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.09.034>
- Lyu, K., Garboczi, E.J., She, W., Miao, C., 2019. The effect of rough vs. smooth aggregate surfaces on the characteristics of the interfacial transition zone. *Cem. Concr. Compos.* 99, 49–61. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2019.03.001>
- Mainguy, M., Tognazzi, C., Torrenti, J.M., Adenot, F., 2000. Modelling of leaching in pure cement paste and mortar. *Cem. Concr. Res.* 30, 83–90. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00208-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00208-2)
- Marchand, J., Delagrave, A., 1999. Influence of ITZ on ionic diffusion and leaching. *RILEM Rep.* 157–172.
- Mazars, J., 1984. Application de la mécanique de l'endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton de structure. Université Pierre et Marie Curie.
- Mehta, P.K., Monteiro, P.J.M., 2006. *Concrete Microstructure, Properties, and materials*. Berkeley.
- Mier, J.G.M. Van, Vliet, M.R.A. Van, 2002. Uniaxial tension test for the determination of fracture parameters of concrete : state of the art. *Eng. Fract. Mech.* 69, 235–247.
- Miller, M., Bobko, C., Vandamme, M., Ulm, F.J., 2008. Surface roughness criteria for cement paste nanoindentation. *Cem. Concr. Res.* 38, 467–476. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.11.014>
- Monteiro, J.J.M., Mehta, P.K., 1985. Ettringite formation on the aggregate—cement paste interface. *Cem. Concr. Res.* 15, 378–380.
- Neville, A.M., Brooks, J.J., 2010. *Concrete Technology*.
- Nguyen, T.D., 2013. Étude de la zone d'interphase “granulats calcaires poreux-pâte de ciment” : Influence des propriétés physico-mécaniques des granulats; Conséquence sur les propriétés mécaniques du mortier. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- Nguyen, V., 2005. Couplage dégradation chimique - comportement en compression du béton. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Nguyen, V.H., Colina, H., Torrenti, J.M., Boulay, C., Nedjar, B., 2007. Chemo-mechanical coupling behaviour of leached concrete. Part I: Experimental results. *Nucl. Eng. Des.* 237, 2083–2089. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2007.02.013>
- Nilsen, U., Monteiro, P.J.M., 1993. Concrete: A three phase material. *Cem. Concr. Res.* 23, 147–

- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 7, 1564–1583.
- Ollivier, J.P., Maso, J.C., Bourdette, B., 1995. Interfacial Transition Zone. *Adv. Cem. Based Mater.* 7355.
- Ollivier, J.P., Massat, M., 1994. The effect of the transition zone on the transfer properties of concrete. *RILEM Rep.* 11, 117–131.
- Öztekın, E., Pul, S., Hüsem, M., 2016. Experimental determination of Drucker-Prager yield criterion parameters for normal and high strength concretes under triaxial compression. *Constr. Build. Mater.* 112, 725–732. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.127>
- Petersson, P.-E., 1981. Crack growth and development of fracture zones in plain concrete and similar materials.
- Prokopski, G., Halbiniak, J., 2000. Interfacial transition zone in cementitious materials. *Cem. Concr. Res.* 30, 579–583. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00210-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00210-6)
- R. Berner, U., 1988. Modelling the Incongruent Dissolution of Hydrated Cement Minerals. *Radiochim. Acta* 44–45. <https://doi.org/10.1524/ract.1988.4445.2.387>
- Rao, G.A., Prasad, B.K.R., 2002. Influence of the roughness of aggregate surface on the interface bond strength. *Cem. Concr. Res.* 32, 253–257. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00668-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00668-8)
- Revertegat, E., Richet, C., Gégout, P., 1992. Effect of pH on the durability of cement pastes. *Cem. Concr. Res.* 22, 259–272. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(92\)90064-3](https://doi.org/10.1016/0008-8846(92)90064-3)
- Richardson, I.G., 1999. The nature of CSH in hardened cements. *Cem. Concr. Res.* 29, 1131–1147.
- Rougelot, T., Burlion, N., Bernard, D., Skoczylas, F., 2010. About microcracking due to leaching in cementitious composites: X-ray microtomography description and numerical approach. *Cem. Concr. Res.* 40, 271–283. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.09.021>
- Saito, H., Nakane, S., Ikari, S., Fujiwara, A., 1992. Preliminary experimental study on the deterioration of cementitious materials by an acceleration method. *Nucl. Eng. Des.* 138, 151–155. [https://doi.org/10.1016/0029-5493\(92\)90290-C](https://doi.org/10.1016/0029-5493(92)90290-C)
- Schlangen, E., 1995. Experimental and numerical analysis of fracture processes in concrete.
- Scrivener, K.L., 1996. Characterization of Interfacial Microstructure, in *Interfacial Transition Zone in Concrete*. RILEM Tech. Comm. 108-ICC Rep.
- Scrivener, K.L., Crumbie, A.K., Laugesen, P., 2004. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface Sci.* 12, 411–421. <https://doi.org/10.1023/B:INTS.0000042339.92990.4c>
- Scrivener, K.L., Nemati, K.M., 1996. The percolation of pore space in the cement paste/aggregate interfacial zone of concrete. *Cem. Concr. Res.* 26, 35–40. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00185-9](https://doi.org/10.1016/0008-8846(95)00185-9)
- Sellier, A., Multon, S., Buffo-Lacarrière, L., Vidal, T., Bourbon, X., Camps, G., 2016. Concrete creep modelling for structural applications: Non-linearity, multi-axiality, hydration, temperature and drying effects. *Cem. Concr. Res.* 79, 301–315.

<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.10.001>

- Sidorova, A., Vazquez-Ramonich, E., Barra-Bizinotto, M., Roa-Rovira, J.J., Jimenez-Pique, E., 2014. Study of the recycled aggregates nature's influence on the aggregate-cement paste interface and ITZ. *Constr. Build. Mater.* 68, 677–684. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.06.076>
- Skarzyński, Kozicki, J., Tejchman, J., 2013. Application of DIC Technique to Concrete-Study on Objectivity of Measured Surface Displacements. *Exp. Mech.* 53, 1545–1559. <https://doi.org/10.1007/s11340-013-9781-y>
- Sun, Z., Garboczi, E.J., Shah, S.P., 2007. Modeling the elastic properties of concrete composites: Experiment, differential effective medium theory, and numerical simulation. *Cem. Concr. Compos.* 29, 22–38. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2006.07.020>
- Swaddiwudhipong, S., Lu, H.R., Wee, T.H., 2003. Direct tension test and tensile strain capacity of concrete at early age. *Cem. Concr. Res.* 33, 2077–2084. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00231-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00231-X)
- Tognazzi, C., 1998. Couplage fissuration-dégradation chimique dans les matériaux cimentaires: caractérisation et modélisation. Toulouse, INSA.
- Trtik, P., Bartos, P.J.M., 1999. Micromechanical properties of cementitious composites. *Mater. Struct.* 32, 388–393.
- Van Mier, J.G.M., Vervuurt, A., 1999. Test methods and modelling for determining the mechanical properties of the ITZ in concrete. *RILEM Rep.* 19–52.
- Van Vliet, M.R.A., 2000. Size effect in tensile fracture of concrete and rock. TU Delft, Delft University of Technology.
- Wang, X.H., Jacobsen, S., He, J.Y., Zhang, Z.L., Lee, S.F., Lein, H.L., 2009. Application of nanoindentation testing to study of the interfacial transition zone in steel fiber reinforced mortar. *Cem. Concr. Res.* 39, 701–715. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.05.002>
- Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J.-M., Némoy-Gaillard, M., 2001. Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Exp. Mech.* 41, 29–39.
- Wei, Y., Liang, S., Gao, X., 2017. Indentation creep of cementitious materials: Experimental investigation from nano to micro length scales. *Constr. Build. Mater.* 143, 222–233. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.126>
- Wilson, W., Sorelli, L., Tagnit-Hamou, A., 2018. Automated coupling of NanoIndentation and Quantitative Energy-Dispersive Spectroscopy (NI-QEDS): A comprehensive method to disclose the micro-chemo-mechanical properties of cement pastes. *Cem. Concr. Res.* 103, 49–65. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.08.016>
- Winslow, D.N., Cohen, M.D., Bentz, D.P., Snyder, K.A., Garboczi, E.J., 1994. Percolation and pore structure in mortars and concrete. *Cem. Concr. Res.* 24, 25–37. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(94\)90079-5](https://doi.org/10.1016/0008-8846(94)90079-5)
- Wu, K., Shi, H., Xu, L., Ye, G., De Schutter, G., 2016. Microstructural characterization of ITZ in blended cement concretes and its relation to transport properties. *Cem. Concr. Res.* 79, 243–256. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.09.018>
- Xiao, J., Li, W., Sun, Z., Lange, D.A., Shah, S.P., 2013. Properties of interfacial transition zones in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation. *Cem. Concr. Compos.* 37, 276–292.

<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.01.006>

Xu, J., Wang, B., Zuo, J., 2017. Modification effects of nanosilica on the interfacial transition zone in concrete: A multiscale approach. *Cem. Concr. Compos.* 81, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.04.003>

Yuan, C.Z., Odler, I., 1987. The interfacial zone between marble and tricalcium silicate paste. *Cem. Concr. Res.* 17, 784–792. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(87\)90041-X](https://doi.org/10.1016/0008-8846(87)90041-X)

Zhou, F.P., 1988. Some aspects of tensile fracture behaviour and structural response of cementitious materials.

Zimbelman, R., 1985. A contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cem. Concr. Res.* 15, 801–885.

Figure 1 Principe de l'approche multi-échelle.....	14
Figure 2 Structure du matériau béton : des granulats noyés dans la matrice cimentaire (Gao et al., 2013).....	19
Figure 3 Les principaux types d'hydrates : matrice de C-S-H (a)(Constantinides and Ulm, 2004), cristaux hexagonaux de portlandite (b)(Yuan and Odler, 1987), ettringite et monosulphoaluminate (c) (Mehta and Monteiro, 2006) .....	21
Figure 4 Distribution statistique du rapport molaire Ca/Si des C-S-H dans une pâte de ciment portland avec un rapport E/C de 0,4 (Richardson, 1999) .....	22
Figure 5 Effet du rapport e/c sur les modules d'élasticité de la pâte de ciment Portland (Haecker et al., 2005) .....	23
Figure 6 Évolution de la résistance à la compression de la pâte de ciment ( $f_{cp}$ ) en fonction de la teneur en ciment (De Larrard, 2000).....	24
Figure 7 Illustration de l'effet de paroi sur un empilement granulaire uni dimensionnel (Scrivener, 1996).....	25
Figure 8 Illustration du ressuage dans le béton à l'état frais (Mehta and Monteiro, 2006).....	26
Figure 9 Microstructure de la pâte de ciment durcie (Mehta and Monteiro, 2006).....	26
Figure 10 Évolution du rapport $CaO/SiO_2$ en fonction de la distance par rapport au granulat (Yuan and Odler, 1987).....	27
Figure 11 Gradient du module d'Young au niveau de l'ITZ (Trtik and Bartos, 1999).....	27
Figure 12 Courbe contrainte déformation en traction des composites pâte de ciment / granulat calcaire (a) et de la pâte de ciment (b) pour différentes durées d'hydratation (Jebli, 2016).....	28
Figure 13 Porosité moyenne en fonction de la distance par rapport au granulat dans la proximité des granulats avec des diamètre entre 100 et 300 $\mu m$ (#50-#100) et entre 2 et 4 mm (#4-#8) pour un mortier avec un rapport e/c de 0,4 (Elsharief et al., 2003).....	29
Figure 14 Porosité en fonction de la distance par rapport au granulat pour différentes positions relatives au granulat : en haut, latérale et en bas (Leemann et al., 2006) .....	29
Figure 15 Développement de la résistance à la traction des composites pâte de ciment / roche pour différents types de roches (Zimbelman, 1985).....	30
Figure 16 Illustration des étapes de fissuration d'une éprouvette en béton sollicitée en compression (Mehta and Monteiro, 2006).....	31
Figure 17 Exemple de courbe contrainte déformation en traction (Mazars, 1984 d'après Terrien) .....	32
Figure 18 Illustration de courbes contrainte-déformation du béton, de la pâte de ciment et du granulat en compression (Mehta and Monteiro, 2006).....	32

Figure 19 Effet du type de granulat sur la résistance à la compression du mortier (De Larrard and Belloc, 1999).....	33
Figure 20 Illustration du mécanisme de dégradation chimique par lixiviation des matériaux cimentaires (De Larrard, 2010).....	34
Figure 21 Quantité de Calcium lixivié en fonction de la racine carrée du temps (Tognazzi, 1998).....	35
Figure 22 Diagramme d'équilibre chimique entre la concentration en Calcium dans la solution interstitielle et le rapport molaire Ca/Si dans la phase solide (Mainguy et al., 2000). .....	35
Figure 23 Distribution statistique des C-S-H de haute et faible densités dans le réseau des C-S-H d'une pâte saine (a) et dégradée (b) (Constantinides et al., 2003).....	36
Figure 24 Courbes caractéristiques en traction des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment / granulats calcaires lixiviés (Jebli et al., 2018b).....	37
Figure 25 Section transversale d'un échantillon composite pâte de ciment – billes de verre dégradé par lixiviation. Les zones de fissuration sont marquées (Nicolas Burlion et al., 2007) .....	38
Figure 26 Profils des résistances en compression obtenus suite à la modélisation des résultats des essais de compression sur des échantillons en mortier et en pâte de ciment dégradés (d'après Carde and François, 1997a) .....	38
Figure 27 Évolution du taux de perte de raideur et de rigidité en fonction du taux de dégradation chimique (Nguyen, 2005) .....	39
Figure 28 Courbes contrainte-déformation en compression d'échantillons sain et dégradés (Nguyen et al., 2007) .....	39
Figure 29 Échantillons en pâte de ciment a) et composite pâte de ciment/granulat b) utilisés pour l'étude des propriétés chimiques et mécaniques du béton à l'échelle locale .....	44
Figure 30 Échantillons en forme de Y inversé en pâte de ciment a) et composite pâte/granulat/pâte b) utilisés pour des essais de cisaillement.....	44
Figure 31 Dimensions du granulat (a) et lot de 20 granulats après la découpe (b).....	45
Figure 32 Représentation des moules en aluminium .....	46
Figure 33 Moules en silicone. Dimensions (a) et exemples (b) .....	47
Figure 34 Orientation des échantillons composites parallélépipédiques (verticale – a) et horizontale – b) et en Y inversé (horizontale – c) pendant le coulage .....	47
Figure 35 Échantillons conservés dans un bain d'eau saturée en chaux pendant la période d'hydratation .....	48
Figure 36 Profils de concentration en Calcium dans la zone dégradée par une eau déminéralisée (a) et par le nitrate d'ammonium (b) (Carde, 1996).....	50
Figure 37 Configuration de la dégradation chimique : schéma (a) et exemple (b).....	51
Figure 38 Section transversale d'un échantillon dégradé.....	51
Figure 39 Méthode de dégradation individuelle.....	51
Figure 40 Différentes méthodes de Mesure de l'épaisseur dégradée. Mesure à l'aide de la phénolphthaléine (a) (Nguyen, 2005) ; Mesure à partir des profils de concentration chimique obtenus par EDS (b) (Camps, 2008) ; Mesure à l'aide de la microscopie optique (c) (Adenot and Faucon, 1996).....	52
Figure 41 Sections transversales des échantillons en pâte et composites où les mesures des épaisseurs dégradées ont été faites.....	54
Figure 42 Zone de calcul des épaisseurs dégradées.....	55
Figure 43 Capsule en résine d'un échantillon composite .....	56
Figure 44 Rapports Ca/Si moyens dans la proximité de l'interface avec le granulat et au niveau du cœur de la pâte de ciment durcie a) ; Comparaison entre les modules d'Young de la pâte suite au polissage avec les deux types de lubrifiants : eau et éthanol b).....	57

Figure 45 Principe d'une analyse ponctuelle par MEB : volume élémentaire caractérisé (poire d'interaction) et zones de calcul pour les trois principaux types d'analyses : électrons secondaires, électrons rétrodiffusés et rayons X (Nguyen, 2013).....	58
Figure 46 Spectre des concentrations molaires élémentaires obtenues dans une zone choisie à l'intérieure d'une image BSE.....	59
Figure 47 Profils EDS dans la zone dégradée de la pâte.....	60
Figure 48 Pénétration d'une aiguille d'indentation dans le matériau étudié a) (Frech-Baronet et al., 2017) et réalisation d'une grille d'indentation b) (Wilson et al., 2018).....	61
Figure 49 Principe de traitement d'une mesure ponctuelle d'indentation pour la mesure du module d'élasticité et de la dureté (Constantinides et al., 2003) .....	62
Figure 50 Résultats de l'indentation par technique QSCM. Représentation des points de mesure durant la séquence charge/relaxation/décharge. Influence de la profondeur d'indentation sur le module d'indentation mesuré. ....	62
Figure 51 Sens du gradient du Module d'Young étudié par micro indentation .....	63
Figure 52 Grille de micro indentation dans la zone dégradée .....	64
Figure 53 Dispositif général d'essai .....	65
Figure 54 Principe de l'utilisation de la corrélation d'image. Localisation d'une zone de corrélation à l'intérieure d'une zone de recherche (Hild, 2004) (a) ; Exemple d'observation par CIN sur une face mouchetée d'un échantillons sollicité en traction (b).....	66
Figure 55 Zones de calcul des déplacements et déformations par CIN à l'aide d'une caméra rapide (Jebli, 2016) (a) et à l'aide d'une caméra haute résolution (b) .....	67
Figure 56 Exemple de mouchetis appliqué sur la surface d'un échantillon sollicité en traction ....	68
Figure 57 Schéma statique de l'essai de traction directe sur des échantillons en pâte de ciment a) et composites pâte de ciment / granulats b) .....	69
Figure 58 Vue de face de la zone d'intérêt pour la corrélation d'image des échantillons .....	70
Figure 59 Fissuration d'un échantillon en pâte de ciment.....	70
Figure 60 Points d'appui lors d'un essai sur un échantillon avec défaut géométrique de collage ..	71
Figure 61 Montage de collage à base d'une équerre a) et à base de deux demi-boîtes guidées b) ..	71
Figure 62 Défauts maximums de parallélisme des axes de chargement.....	72
Figure 63 Différents dispositifs utilisés pour résoudre le problème d'excentricité du chargement lors d'un essai de traction sur le béton (Alhussainy et al., 2016; Dong et al., 2016; Petersson, 1981) .....	73
Figure 64 Dispositif de traction : configurations testées pendant l'étude.....	73
Figure 65 Mise en place de l'échantillon pour le cas des défauts géométriques maximums .....	74
Figure 66 Fréquence d'apparition des forces à la rupture obtenue avec la configuration avec 2 pivots et avec la configuration un pivot.....	75
Figure 67 Distribution des déformations ponctuelles sur la médiane d'une face de l'échantillon pour deux configurations. Zone de calcul des déformations (a), distribution des déformations locales pour la configuration avec 1 pivot pour 6 échantillons (b) et distribution des déformations locales pour la configuration avec 2 pivots pour 6 échantillons (c).....	75
Figure 68 Dispositif de cisaillement.....	76
Figure 69 Zones d'intérêt pour le calcul des champs de déformation et des déformations globales sur des échantillons en pâte et composite.....	77
Figure 70 Configuration de l'essai sur échantillon en forme de H (a) et de Y inversé (b) .....	78
Figure 71 Essai de cisaillement sur échantillon en Y inversé en pâte de ciment a) et composite pâte/granat/pâte b) .....	78
Figure 72 Zones d'intérêt pour le calcul des champs de déformation et des déplacements globales .....	78

Figure 73 Évolution du niveau de gris sur la médiane de la section transversale des échantillons en pâte. Principe de la mesure (a) ; Échantillons en pâte de ciment après 0,75 jour (b), 2 jours (c), 4 jours (d), 8 jours (e) et 12 jours (f) de lixiviation .....	85
Figure 74 Profil de concentration chimique dans la direction de la dégradation chimique .....	86
Figure 75 Profil de concentration du Calcium dans la pâte de ciment dégradée dans la direction de dégradation au bout de 4 jours .....	86
Figure 76 Cinétique de dégradation de la pâte .....	87
Figure 77 Évolution du niveau de gris sur la médiane des sections transversales des échantillons composites, à l'interface et dans la pâte. Principe de la mesure (a) ; Échantillons en composites après 0,75 jour (b), 2 jours (c), 4 jours (d), 8 jours (e) et 12 jours de lixiviation (f) .....	88
Figure 78 Évolution dans le temps du rapport entre l'épaisseur dégradée de l'interface et de la pâte .....	89
Figure 79 Cinétiques de dégradation modélisées de l'ITZ et de la pâte .....	90
Figure 80 Profil Ca/Si molaire dans la direction de dégradation .....	91
Figure 81 Profils de concentration en Calcium dans l'ITZ à cheval entre la zone saine et dégradée .....	92
Figure 82 Distribution du rapport molaire Ca/Si dans la proximité de l'interface pâte de ciment / granulats. Zone d'intérêt (a) et graphique (b) .....	92
Figure 83 Profil du rapport molaire Ca/Si au niveau de l'ITZ et de la pâte de ciment dans la direction de dégradation (localisation (a) et profil chimique (b)) .....	93
Figure 84 Distribution statistique des rapports Ca/Si dans la zone saine (a), dans la zone intermédiaire (b) et dans la zone fortement dégradée (c) .....	95
Figure 85 Distributions moyennes des rapports Ca/Si dans les trois zones associées à la dégradation chimique : zone saine, zone de dissolution de CH, zone de décalcification des C-S-H .....	96
Figure 86 Groupe d'indents réalisés dans la zone dégradée de la pâte de ciment .....	97
Figure 87 Courbes caractéristiques force (P) – profondeur (h) dans les trois zones associées à la dégradation : zone saine, zone dégradée intermédiaire et zone fortement dégradée .....	98
Figure 88 Courbe de distribution statistique des modules d'élasticité de la pâte de ciment .....	98
Figure 89 Évolution des E mesurés par micro indentation dans la zone dégradée .....	99
Figure 90 Représentation comparative de l'évolution du niveau de gris, du module d'élasticité et du rapport Ca/Si dans la zone dégradée .....	100
Figure 91 Courbe contrainte/déformation de la pâte (a) et des composites (b) .....	103
Figure 92 Contraintes à la rupture des échantillons en pâte et composites .....	104
Figure 93 Modules d'Young des échantillons composites et en pâte de ciment .....	104
Figure 94 Modélisation du contact parfait entre la pâte de ciment et le granulats par deux ressorts liés en série .....	105
Figure 95 Modules d'Young des composites, de la pâte et du granulats .....	106
Figure 96 Champs de déformation des échantillons en pâte et des composites .....	107
Figure 97 Schéma statique pour l'essai de cisaillement (section transversale dans le plan médian) .....	109
Figure 98 Courbes contrainte déformation des échantillons en pâte de ciment et composites parallélépipédiques en cisaillement .....	110
Figure 99 Valeurs des modules de cisaillement et de la contrainte à la rupture des échantillons prismatiques en pâte et composites .....	110
Figure 100 Champs de déformation des échantillons prismatiques en pâte et composite en cisaillement .....	113
Figure 101 Schéma statique de l'essai sur des échantillons en forme de Y inversé .....	114
Figure 102 Courbes contrainte déformation des échantillons en forme de Y inversés .....	114

Figure 103 Champs des déplacements au moment de l'apparition de la fissuration sur des échantillons en pâte de ciment (a) et composites (b) .....	115
Figure 104 Faciès de rupture des échantillons en forme de Y inversé en pâte de ciment (a) et composite (b) .....	116
Figure 105 Champs de déformations (avant fissuration) et de déplacements (après l'initiation de la fissuration) des échantillons en forme de Y composites .....	117
Figure 106 Comparaison entre les modules de cisaillement moyens obtenus sur des échantillons parallélépipédiques et en forme de Y inversé.....	118
Figure 107 Conditions aux limites appliquées aux échantillons .....	119
Figure 108 Résultats obtenus suite aux essais expérimentaux et aux simulations numériques.....	120
Figure 109 Champs de déformations $\gamma_{xy}$ obtenus expérimentalement et numériquement pour des conditions aux limites données .....	121
Figure 110 Manière de réaliser l'essai de traction avec corrélation d'image numérique sur un échantillon en pâte de ciment (a) et composite pâte de ciment/granulat (b) .....	123
Figure 111 Courbe contrainte/déformation des échantillons dégradés en pâte de ciment (a) et composites (b).....	124
Figure 112 Évolution du module d'Young de la pâte et du composite en fonction du taux de dégradation chimique.....	125
Figure 113 Évolution du module d'Young équivalent idéal (contact parfait) et réel du composite .....	126
Figure 114 Évolution des modules d'Young obtenus par micro indentation dans la zone saine et dégradée après 4 jours de dégradation .....	127
Figure 115 Modules d'Young de la pâte obtenus par micro-indentation et essai mécanique.....	128
Figure 116 Évolution de la contrainte nominale à la rupture de la pâte en fonction du taux de dégradation chimique.....	129
Figure 117 Illustration de l'effet de la fissuration sur les courbes contrainte/déformation de la pâte. Courbe contrainte/déformation (a) ; champ de déplacements verticaux $u_y$ au moment de l'apparition de la fissure (b) ; champ de déplacements verticaux $u_y$ avant la rupture (c) ; échelle de couleur associée aux champs de déplacements (d).....	130
Figure 118 Champs de déplacements d'échantillons en pâte de ciment fissurés avant la rupture .....	131
Figure 119 Évolution de la contrainte à la fissuration de la pâte de ciment.....	131
Figure 120 Illustration du chargement et de la fissuration d'un échantillon en pâte de ciment. ..	132
Figure 121 Champs de déplacements d'un échantillon composite fissuré .....	133
Figure 122 Évolution du pourcentage des échantillons composites fissurés et rompus à l'interface .....	134
Figure 123 Perte d'adhésion entre la pâte de ciment et le granulat en fonction du taux de dégradation chimique.....	134
Figure 124 Banc d'essai modulable, utilisé pour un essai de flexion à position variable .....	146
Figure 125 Configuration proposée pour l'essai de traction sur pâte (a) et sur composite (b).....	148
Figure 126 Observation par corrélation d'image lors de l'essai de traction des échantillons en pâte et composite pâte granulat sur la face attaquée (a et b) et dans la direction de propagation de la dégradation (c et d).....	149
Figure 127 Cadre de base pour le banc d'essai adaptable.....	151
Figure 128 Essai de flexion avec confinement (vue de face) .....	152
Figure 129 Essai de cisaillement avec confinement (vue de face).....	152
Figure 130 Essai de flexion trois points centré (vue de face) .....	153

Figure 131 Essai de flexion trois points avec disposition asymétrique des appuis (vue de face) .154  
Figure 132 Essai de flexion trois points avec chargement ex centré (vue de face).....154