



**HAL**  
open science

# Caractérisation expérimentale et numérique par changement d'échelles du comportement mécanique des bétons atteints de la réaction sulfatique interne avec prise en compte des propriétés interfaciales

Sirine Al Dandachli

► **To cite this version:**

Sirine Al Dandachli. Caractérisation expérimentale et numérique par changement d'échelles du comportement mécanique des bétons atteints de la réaction sulfatique interne avec prise en compte des propriétés interfaciales. Matériaux composites et construction. Université de Montpellier, 2024. Français. NNT : 2024UMONS008 . tel-04724429

**HAL Id: tel-04724429**

**<https://theses.hal.science/tel-04724429v1>**

Submitted on 7 Oct 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

En Mécanique et Génie Civil

École doctorale : Information, Structures, Systèmes (I2S)

Unité de recherche : Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC)

**Caractérisations expérimentale et numérique  
par changement d'échelles du comportement mécanique  
des bétons atteints de la réaction sulfatique interne  
avec prise en compte des propriétés interfaciales**

**Présentée par Sirine AL DANDACHLI**

**Le 15 mars 2024**

**Devant le jury composé de**

M. Stéphane MULTON, Professeur, INSA Toulouse

M. Syed Yasir ALAM, Maître de Conférence, HDR, École Centrale Nantes

Mme. Anne-Sophie CARO, Professeur, Institut Mines Télécom d'Alès

M. Benoît BARY, Ingénieur-Chercheur, CEA

M. Moulay Saïd EL YOUSOUFI, Professeur, Université de Montpellier

M. Frédéric JAMIN, Maître de Conférence, HDR, Université de Montpellier

M. Yann MONERIE, Professeur, Université de Montpellier

Mme. Céline PELISSOU, Ingénieure - Chercheur, IRSN

M. Mejdî NEJÏ, Ingénieur - Chercheur, IRSN

Rapporteur

Rapporteur

Présidente de jury

Examineur

Directeur

Co-directeur

Encadrant

Encadrante

Membre invité



**UNIVERSITÉ  
DE MONTPELLIER**



# Table des matières

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>1</b>
<b>I. CHAPITRE 1 : ÉTAT DE L'ART.....</b>	<b>7</b>
<b>Introduction.....</b>	<b>8</b>
<b>I.1 Généralités sur le béton .....</b>	<b>8</b>
I.1.1 Composition du béton.....	8
I.1.1.1 Matrice cimentaire : pâte de ciment.....	9
I.1.1.2 Inclusions : les granulats.....	13
I.1.1.3 Interphase matrice cimentaire-granat.....	15
I.1.2 Influence de l'ITZ sur le comportement du béton .....	17
I.1.3 Propriétés des matériaux de l'ITZ .....	19
I.1.4 Conclusion.....	21
<b>I.2 La réaction sulfatique interne .....</b>	<b>22</b>
I.2.1 Mécanismes de formation de l'ettringite .....	22
I.2.2 Paramètres influençant la RSI .....	23
I.2.2.1 Histoire thermique au jeune âge.....	24
I.2.2.2 Formulation du béton.....	26
I.2.2.3 Conditions de conservation.....	26
I.2.2.4 Conclusion sur les facteurs influençant la RSI .....	29
I.2.3 Conséquences de la RSI sur les propriétés de béton.....	30
I.2.3.1 Expansion et fissuration .....	30
I.2.3.2 Perte des propriétés mécaniques .....	34
<b>I.3 Conclusion et motivations de la thèse .....</b>	<b>37</b>
I.3.1 Conclusion.....	37
I.3.2 Motivations de la thèse .....	38
<b>II. CHAPITRE 2 : MECANISME DE FISSURATIONS DU BETON : ASPECTS NUMERIQUES .....</b>	<b>40</b>
<b>II.1 Introduction.....</b>	<b>41</b>
<b>II.2 Phénoménologie de fissuration dans le béton .....</b>	<b>41</b>
<b>II.3 Modèles de zones cohésives .....</b>	<b>44</b>

II.3.1	Principe.....	44
II.3.2	L'approche par Éléments Finis Cohésifs-Volumiques (EFCV).....	45
II.3.2.1	Plateforme XPER.....	47
II.3.2.2	Modèle cohésif retenu.....	48
<b>II.4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>49</b>
<b>III.</b>	<b>CHAPITRE 3 : MISE EN PLACE DU PROTOCOLE EXPERIMENTAL POUR CARACTERISER LE COMPORTEMENT A RUPTURE DE L'INTERFACE.....</b>	<b>51</b>
<b>III.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>52</b>
<b>III.2</b>	<b>Choix des matériaux et des géométries .....</b>	<b>53</b>
<b>III.3</b>	<b>Formulations .....</b>	<b>55</b>
III.3.1	Ciment.....	55
III.3.2	Granulats .....	56
<b>III.4</b>	<b>Procédure de fabrication et maturation.....</b>	<b>57</b>
III.4.1	Mode opératoire de préparation des granulats.....	57
III.4.2	Préparation des échantillons de pâte de ciment et des composites .....	59
III.4.2.1	Réalisation des moules en silicone.....	59
III.4.2.2	Coulage des échantillons de pâte de ciment et des composites.....	60
III.4.2.3	Conservation des échantillons.....	61
<b>III.5</b>	<b>Protocole d'essais de caractérisation mécanique.....</b>	<b>62</b>
III.5.1	Essai de traction directe.....	62
III.5.2	Essais de cisaillement direct (non confiné) .....	65
III.5.3	Essai de flexion trois points.....	66
III.5.3.1	Essais de flexion trois points « excentrée » - Pâte de ciment.....	67
III.5.3.2	Essai de flexion trois points « centrée » - Composite avec interface oblique .....	68
<b>III.6</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>69</b>
<b>IV.</b>	<b>CHAPITRE 4 : ESTIMATION DES PARAMETRES COHESIFS A L'ECHELLE LOCALE.....</b>	<b>71</b>
<b>IV.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>72</b>
<b>IV.2</b>	<b>Identification des paramètres cohésifs à partir des essais locaux .....</b>	<b>72</b>
IV.2.1	Paramètres de rupture en mode I.....	72
IV.2.2	Paramètres de rupture en mode II.....	75

IV.2.3	Conclusion.....	78
<b>IV.3</b>	<b>Validation du modèle cohésif pour une rupture en mode mixte des échantillons de pâte de ciment et composites.....</b>	<b>79</b>
IV.3.1	Modélisation des essais de flexion trois points .....	80
IV.3.1.1	Choix des géométries et du schéma numérique .....	80
IV.3.1.2	Choix du pas de temps et de la taille de maille .....	83
IV.3.1.3	Approche cohésive à trois phases .....	86
IV.3.1.4	Bilan.....	87
IV.3.2	Correction des courbes expérimentales en deux étapes.....	88
IV.3.2.1	Élimination de la souplesse du dispositif .....	88
IV.3.2.2	Ajustement des courbes expérimentales .....	89
IV.3.3	Essai de flexion trois points « excentrée » sur des échantillons de pâte de ciment .....	90
IV.3.3.1	Construction du maillage .....	91
IV.3.3.2	Paramètres élastiques et cohésifs .....	91
IV.3.3.3	Analyse des faciès de rupture.....	95
IV.3.4	Essai de flexion trois points « centrée » sur des échantillons composites à interface oblique .....	98
IV.3.4.1	Construction du maillage .....	98
IV.3.4.2	Paramètres élastiques et cohésifs de l'interface .....	99
IV.3.4.3	Analyse des faciès de rupture.....	103
<b>IV.4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>105</b>
<b>V.</b>	<b>CHAPITRE 5 : MISE EN PLACE D'UN PROTOCOLE EXPERIMENTAL/NUMERIQUE POUR DEVELOPPER UN MODELE PREDICTIF DU COMPORTEMENT MECANIQUE DU BETON SAIN A L'ECHELLE MESOSCOPIQUE .....</b>	<b>107</b>
<b>V.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>108</b>
<b>V.2</b>	<b>Campagne expérimentale .....</b>	<b>109</b>
V.2.1	Protocole expérimental .....	109
V.2.1.1	Choix des matériaux .....	109
V.2.1.2	Réalisation et conservation des éprouvettes.....	109
V.2.1.3	Protocole d'essais de caractérisation mécanique .....	111
<b>V.3</b>	<b>Protocole numérique pour la mise en place du modèle prédictif du comportement du béton mésoscopique .....</b>	<b>118</b>
V.3.1	Élaboration d'un protocole de génération d'une microstructure équivalente .....	118
V.3.1.1	Approche infructueuse par tomographie .....	118
V.3.1.2	Approche fructueuse par génération d'un milieu aléatoire .....	120

V.3.1.3	Choix des conditions aux limites et des paramètres numériques du modèle.....	123
V.3.2	Résultats des modélisations numériques.....	125
V.3.3	Confrontations expérimentales et numériques.....	128
<b>V.4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>129</b>
<b>VI.</b>	<b>CHAPITRE 6 : ÉVOLUTION DES PROPRIETES MICROSTRUCTURALES, PHYSICO-CHIMIQUES ET MECANIQUES DU BETON DEGRADE PAR LA RSI DANS UNE DEMARCHE MULTI-ECHELLE.....</b>	<b>131</b>
<b>VI.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>132</b>
<b>VI.2</b>	<b>Échelle locale .....</b>	<b>133</b>
VI.2.1	Protocole de dégradation RSI.....	133
VI.2.2	Suivi des expansions .....	136
VI.2.3	Observations au Micro-Tomographe ( $\mu$ CT).....	143
VI.2.4	Observations au Microscope Électronique à Balayage (MEB-EDS) .....	149
VI.2.5	Analyse par Diffractométrie aux Rayons X (DRX) .....	160
VI.2.6	Synthèse .....	164
VI.2.7	Évolutions des propriétés mécaniques.....	165
VI.2.7.1	Résistances sous sollicitations directes : traction et cisaillement.....	165
VI.2.7.2	Résistances sous sollicitations mixtes.....	166
VI.2.8	Synthèse .....	169
<b>VI.3</b>	<b>Échelle mésoscopique.....</b>	<b>170</b>
VI.3.1	Protocole de dégradation RSI.....	171
VI.3.2	Suivi des expansions .....	172
VI.3.3	Évolutions des propriétés mécaniques.....	176
VI.3.3.1	Résistances en compression .....	176
VI.3.3.2	Résistances en flexion trois points .....	177
VI.3.4	Discussions.....	178
<b>VI.4</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>179</b>
	<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....</b>	<b>181</b>
	<b>Conclusion générale .....</b>	<b>181</b>
	<b>Perspectives .....</b>	<b>184</b>
<b>VII.</b>	<b>ANNEXES.....</b>	<b>186</b>

<b>VII.1</b>	<b>Annexe 1 : Fiches techniques des matériaux .....</b>	<b>186</b>
VII.1.1	Ciment.....	186
VII.1.2	Colle Sikadur.....	187
VII.1.3	Silicone « Mold Max 14NV » .....	189
<b>VII.2</b>	<b>Annexe 2 : Machines utilisées.....</b>	<b>190</b>
VII.2.1	Enceinte climatique utilisée pour appliquer le cycle de vieillissement accéléré .....	190
VII.2.1.1	Memmert « CTC 256 ».....	191
	.....	192
VII.2.1.2	Weiss – « ClimeEvent C ».....	193
VII.2.2	Microscope numérique : KEYENCE VHX 7000.....	195
<b>VII.3</b>	<b>Influence de la composition du béton sur la microstructure de l’interface.....</b>	<b>197</b>
VII.3.1	Influence du rapport E/C .....	197
VII.3.2	Influence des granulats.....	197
VII.3.3	Influences des ajouts minéraux .....	199
<b>VII.4</b>	<b>L’ettringite : structure et types .....</b>	<b>201</b>
VII.4.1	Structure .....	201
VII.4.2	Types d’ettringite .....	202
VII.4.2.1	Ettringite primaire .....	202
VII.4.2.2	Ettringite secondaire.....	202
VII.4.2.3	Ettringite différée (Delayed Ettringite Formation DEF).....	202
VII.4.3	Théories d’expansion .....	202
VII.4.3.1	Théorie d’ettringite colloïdale .....	203
VII.4.3.2	Phénomène de la double couche électrique .....	203
VII.4.3.3	Gonflement homogène de la pâte .....	203
VII.4.3.4	Gonflement au niveau de l’interface pâte-granulat.....	204
VII.4.3.5	Théorie du mécanisme global de Brunetaud.....	205
VII.4.3.6	Conclusion.....	206
<b>VII.5</b>	<b>Paramètres influençant la RSI : Formulation du béton .....</b>	<b>207</b>
VII.5.1	Composition du ciment .....	207
VII.5.2	Granulats .....	215
VII.5.3	Rapport E/C.....	218
<b>VII.7</b>	<b>Observations au MEB des échantillons RSI à 70 et 100 jours de dégradation .....</b>	<b>221</b>
<b>VII.8</b>	<b>Quantification de la précipitation d’ettringite avec le logiciel HighScore.....</b>	<b>222</b>
<b>VII.10</b>	<b>Essais de flexion trois points sur éprouvettes RSI : courbes forces-déplacement .....</b>	<b>224</b>
VII.10.1	Essais de flexion trois points « excentrée » - pâte de ciment .....	224
VII.10.2	Essais de flexion trois points « centrée » - composite oblique .....	225



<b>VII.11</b>	<b>Résultats des essais de caractérisations pour les bétons pathologiques .....</b>	<b>226</b>
VII.11.1	MEB-EDS .....	226
VII.11.1.1	Pores .....	226
VII.11.1.2	Zones des bords .....	233
VII.11.2	Fracture Fraîche.....	236
VII.11.3	Micro-Tomographe ( $\mu$ CT) .....	236
<b>VIII.</b>	<b>REFERENCES .....</b>	<b>239</b>



# Introduction générale

Actuellement, 75% de la production française en électricité est d'origine nucléaire. La sûreté des installations nucléaires exige la stabilité mécanique des ouvrages associés, la durabilité et le maintien du confinement des matières radioactives.

Ce confinement est assuré par trois barrières dont la première est le gainage des combustibles, la seconde est la cuve en acier du réacteur nucléaire. L'enceinte de confinement en béton armé constitue la troisième et dernière barrière de sûreté (voir Figure 0.1). Une connaissance approfondie du comportement thermomécanique et du vieillissement des matériaux constituant ces trois barrières de confinement est nécessaire pour assurer la durabilité et la sûreté tout au long de la durée d'exploitation d'une centrale nucléaire.

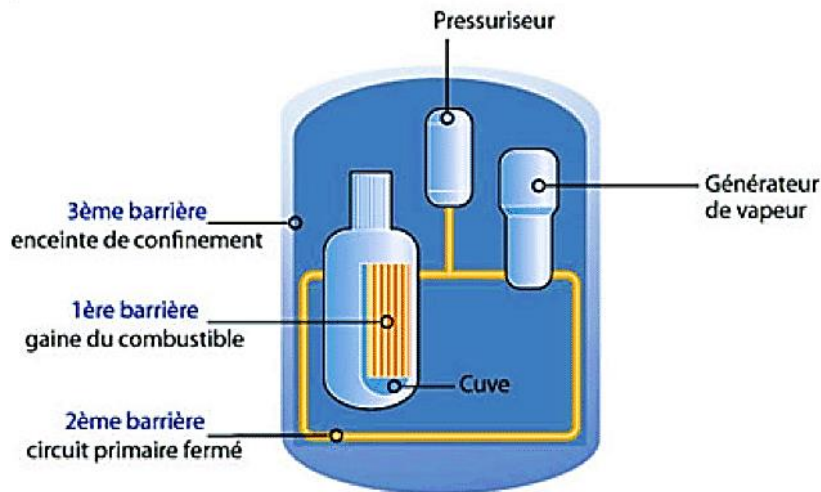


Figure 0.1 Les trois barrières de confinement qui composent une centrale nucléaire.

Dans ces travaux de thèse, l'attention est portée sur l'étude du vieillissement des matériaux cimentaires constituant la troisième barrière. Ces travaux s'intègrent dans le cadre du Consortium CONCRETE, via une collaboration entre l'Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire (IRSN), le CNRS (Laboratoire de Mécanique et Génie Civil - LMGC) et l'Université de Montpellier, sur la thématique du vieillissement des matériaux cimentaires par suite de l'extension de la durée d'exploitation des centrales nucléaires de 40 à 60 ans, voire à 80 ans. L'une des stratégies scientifiques de l'IRSN vise à prédire l'influence du vieillissement du béton sur une éventuelle fuite des enceintes de confinement des centrales nucléaires en cas d'endommagement préalable.

L'amélioration de la durabilité et du vieillissement maîtrisé du béton est naturellement associée à la prédiction de la dégradation des propriétés mécaniques des bétons dont notamment l'altération des propriétés des interfaces. Ces causes sont multiples et peuvent être de nature physico-chimique, thermique et/ou mécanique. Parmi les plus fréquentes causes de dégradations, on peut citer : la lixiviation [88][127], les réactions de gonflement interne (RGI) [63] comme la réaction sulfatique

interne ou la réaction alcali-silice [90], ou encore, les cycles thermiques et de gel-dégel [74], d'origine environnementale ou accidentelle (voir Figure 0.2).

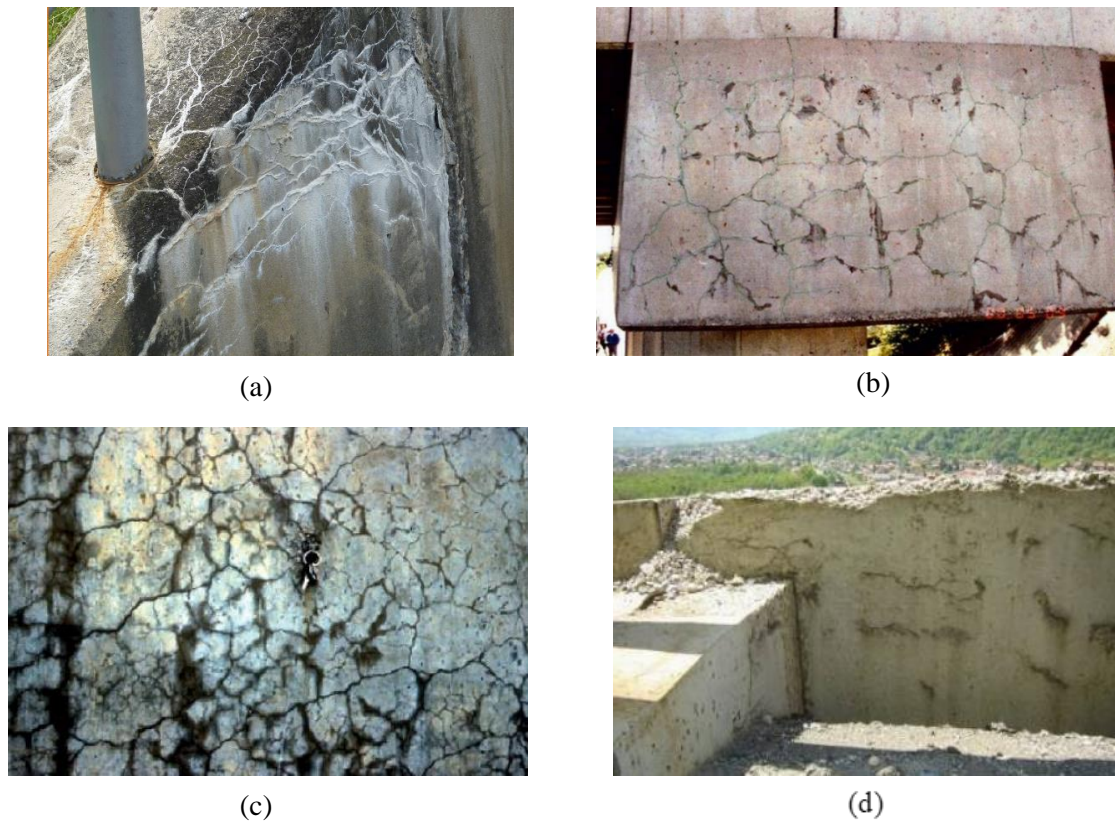


Figure 0.2 Exemples de faïençages et de fissurations en surface des éléments de structures en béton liés à la : (a) lixiviation [53] ; (b) réaction sulfatique interne (RSI) [63]; (c) réaction alcali-silice RAS [90] et (d) gel-dégel [74].

Dès lors, une bonne connaissance du comportement multi-physique du béton aux différentes échelles ainsi que de sa fissuration est un préalable au développement d'outils de prédiction en vue d'anticiper la dégradation progressive, voire l'endommagement, de ce matériau. L'acquisition de cette connaissance passe par une phase expérimentale, en particulier pour les prédictions de fissuration aux échelles micromécaniques, avec la tenue des interfaces mortier-granulat dans les bétons qui est encore mal connue.

Parmi la longue liste des mécanismes « sources de vieillissement » des matériaux cimentaires, la communauté scientifique s'intéresse particulièrement à la Réactions Sulfatique Interne (RSI). La RSI est une pathologie endogène qui affecte la matrice cimentaire du béton durci soumis à un échauffement important. Le déclenchement et le développement de la RSI nécessite un fort taux d'humidité. L'élévation excessive de la température ( $T > 65^{\circ}\text{C}$ ) du béton au jeune âge déstabilise l'ettringite formé partiellement et perturbe l'équilibre thermochimique en modifiant la distribution des produits de la réaction d'hydratation. Au retour à température ambiante, l'ettringite recristallise dans un milieu confiné et engendre des pressions internes qui induisent à leur tour des gonflements et des fissurations dans le

béton. Les pores et les interfaces entre la pâte de ciment et les granulats d'un béton sembleraient être des zones privilégiées à la précipitation de ces cristaux d'ettringite (voir Figure 0.3).

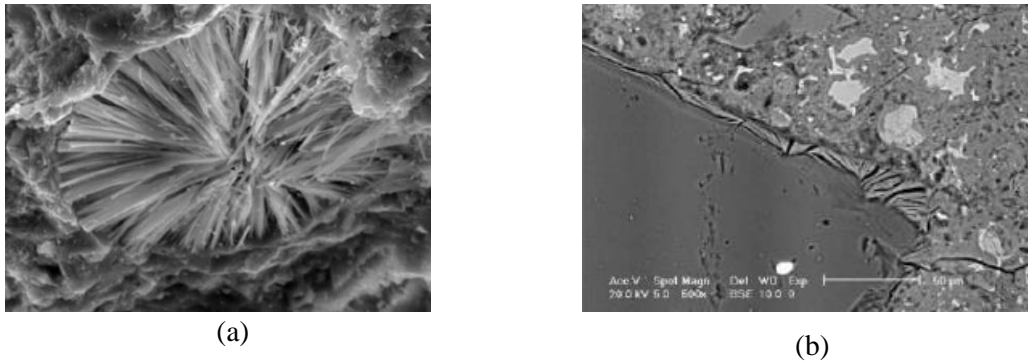


Figure 0.3 Images obtenues au Microscope au Balayage Electronique (MEB) : (a) Formation d'ettringite secondaire non expansive au sein d'un pore [53]; (b) : Formation d'ettringite au niveau de l'interface [195].

Depuis une vingtaine d'années, la RSI a fait l'objet de nombreuses recherches menées à différentes échelles. Parmi ces recherches, certaines sont dédiées à l'étude des mécanismes physico-chimiques [211][228], dont ceux qui influencent le déclenchement et le développement de la pathologie au sein du béton [41][135] ainsi qu'aux cinétiques des réactions [78] engendrant le phénomène de gonflement sulfatique interne et ses conséquences [5][15][155][158].

Les travaux de thèse proposées ici entrent dans le cadre de l'étude du vieillissement des bétons dégradés par la RSI et font suite à un projet de recherche initié en 2012 au sein du laboratoire commun MIST (IRSN/CNRS UMR5508/UM) puis reversé récemment dans les volets 1 et 2 du Consortium CONCRETE [209]. Parmi les différentes recherches réalisées au sein du MIST sur l'altération des propriétés d'interfaces ciment/granulat, plusieurs investigations expérimentales ont permis de premières caractérisations du comportement et/ou de la rupture du béton à l'échelle de l'interface ciment/granulat au cours de l'hydratation [125] et sous l'action de différentes dégradations accélérées en laboratoire : lixiviation [88][125], cycles thermiques [68] et réaction sulfatique interne [125]. Ces travaux exploratoires à **l'échelle de l'interface ciment/granulat** ont montré la pertinence de descendre à une **échelle dite locale** pour adopter une méthodologie associant expérimentations et modélisations multiphysiques [148] dans le cadre d'une approche multi-échelles (voir Figure 0.4) : de l'échelle locale d'interface, à l'échelle mésoscopique (collection de granulats agencés dans une matrice cimentaire ou mortier), à l'échelle macroscopique, voire à l'échelle de la structure. Ce laboratoire assure, entre autres, un rôle de recherche et d'investigation sur les méthodologies permettant l'étude et la modélisation par des modèles de zones cohésives (développés dans les plateformes logicielles LMGC90 et XPER [199]) du comportement chimio-thermo-mécanique des matériaux et leur vieillissement à partir d'une description fine et multi-échelles de ces matériaux hétérogènes. C'est notamment le cas des matériaux cimentaires.

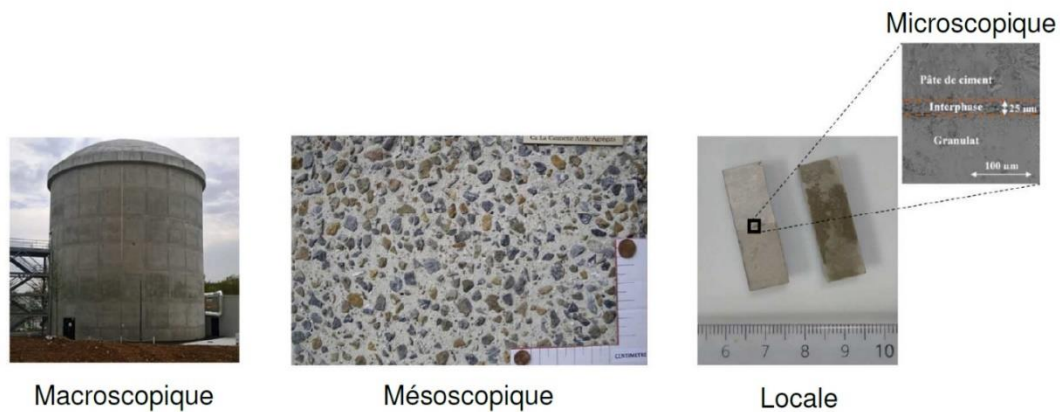


Figure 0.4 Représentation multi-échelle du béton : élément de la structure jusqu'à un échantillon composite à l'échelle locale de dimensions  $10 \times 10 \times 30 \text{ mm}^3$ .

Dans ce contexte, l'objectif de cette thèse est donc **d'approfondir la compréhension multi-échelles de la RSI aussi bien du point de vue expérimental que numérique**. Un des enjeux majeurs de cette thèse réside dans la capacité des modèles micromécaniques, basés sur les zones cohésives (MZC), de pouvoir prédire le comportement mécanique des matériaux sains et dégradés observés expérimentalement. Souvent, le parti pris pour déterminer l'ensemble des paramètres est d'utiliser les méthodes dites inverses, à savoir réussir à identifier les paramètres à partir d'un calage sur une courbe expérimentale. L'objectif dans cette étude est de modéliser mécaniquement le comportement du béton en passant de l'échelle très locale des constituants élémentaires (pâte de ciment, granulats, interface) à une collection de granulats puis en remontant à un volume élémentaire représentatif. Ces trois échelles seront dénommées successivement échelle locale pour les phases, échelle mésoscopique pour le matériau béton et échelle macroscopique pour l'ouvrage. Les expérimentations sont réalisées aux échelles locale et mésoscopique, sur deux sites (IRSN de Cadarache et LMGC à Montpellier) ; les simulations sont effectuées en utilisant la plateforme numérique XPER, développée à l'IRSN.

Ce mémoire comporte trois grandes parties, en plus de l'introduction générale et des conclusions et perspectives :

- La **première partie (les chapitres I et II)**, est dédiée à une synthèse bibliographique sur le matériau béton et son comportement.

Le chapitre I présente le matériau béton et les avantages d'étudier ce matériau par une approche de remontée d'échelles. Les différents constituants d'un béton sont évoqués. La description minéralogique d'une pâte de ciment durcie, des granulats ainsi que les caractéristiques de la pâte de ciment aux abords des granulats, dans la zone de transition interfaciale, sont également présentées. La deuxième section de ce chapitre évoque l'ensemble des études bibliographiques la pathologie RSI dans le but de comprendre les mécanismes, les causes et les conséquences de

cette pathologie sur le béton. Le chapitre II est dédié aux aspects numériques de la fissuration du béton. Une description de la plateforme XPER, est également présentée. Un bilan et les motivations de la thèse sont ensuite synthétisés.

- La **deuxième partie (chapitres III, IV et V)**, concerne l'étude multi-échelles de la caractérisation de la fissuration du béton sain, à la fois du point de vue expérimental et numérique. Le chapitre III est consacré à la présentation du protocole expérimental adopté pour la caractérisation à l'échelle locale du comportement à la rupture, sous différents modes de chargement des échantillons de pâte de ciment pure et de composite (pâte de ciment/granulat). Cette caractérisation permet la mise en place des simulations numériques des essais de flexion trois points centrée et excentrée, présentés dans le chapitre IV. Les différents paramètres numériques associés aux méthodes numériques pour l'intégration en espace et en temps des équations physiques, ainsi que le choix des conditions aux limites, sont calibrés lors d'une étude de convergence au maillage et aux conditions aux limites. La démarche d'estimation des paramètres cohésifs des deux modes (I et II) de la pâte de ciment et de l'interface, mise en place durant la thèse, est également décrite dans ce chapitre. Le chapitre V est consacré à la mise en place d'un protocole expérimental/numérique de remontée d'échelle pour le développement du modèle prédictif de comportement du béton sain à l'échelle mésoscopique en se basant sur l'identification des paramètres du modèle numérique réalisée à l'échelle locale, expliquée dans le chapitre VI.
- La **troisième partie (chapitre VI)**, présente une application de toute la démarche expérimentale multi-échelles élaborée précédemment sur les matériaux atteints de la RSI. Ce travail se décline en plusieurs étapes en considérant toujours les deux échelles de caractérisation et d'observation. La procédure d'accélération du déclenchement de la RSI, la méthode de caractérisation du béton ainsi que l'ensemble des résultats expérimentaux, de caractérisation et de suivi de la pathologie aux deux échelles, sont présentés et analysés. Les discussions portent sur les résultats des essais mécaniques, le suivi des mesures d'expansion et les observations microstructurales au MEB-EDS, DRX et microtomographe pour l'ensemble des échantillons atteints de la RSI.
- Enfin, un bilan des travaux de thèse est réalisé, échelle par échelle, dans la conclusion générale. Puis, les différentes difficultés rencontrées, de nature expérimentale et numérique, sont discutées avant d'aborder plusieurs perspectives pour clôturer ce travail. Les propositions d'amélioration portent à la fois sur le plan expérimental et numérique.

Sur le plan scientifique, les principales contributions de ce travail concernent :

- Des **caractérisations originales en mode mixte** des propriétés quasi-fragiles des phases locales : pâte, granulat et la zone d'interface ; aussi que l'**identification de modèles numériques cohésifs-volumiques** associés.

- La **validation de cette approche micromécanique par remontée aux échelles** d'une collection de granulats ou d'une volume élémentaire représentatif de béton, notamment par la prédiction d'essais mécaniques plus usuels de la flexion trois points.



# **I. Chapitre 1 : État de l'art**

## **Introduction**

La Réaction Sulfatique Interne (RSI) est une pathologie endogène initialement constatée à la fin des années 80 sur des traverses de chemin de fer préfabriquées en Finlande [241] et [108]. En France, la pathologie RSI a été signalée sur le pont d'Ondes, en 1997. Après ça, plusieurs cas de faiencages de béton liés à la RSI ont été observés sur des structures massives et notamment sur des éléments de structures immergés dans l'eau ou exposés à un taux d'humidité élevé (pieux et fondations des structures marines) [63].

Depuis une vingtaine d'années, des nombreuses recherches ont été investiguées sur le matériau cimentaire à différentes échelles dans le but d'identifier les causes de la pathologie et les mécanismes réactionnels associés ainsi que de surveiller les gonflements engendrés. Dans ce contexte, l'état de l'art sur la RSI est axé sur les différents mécanismes mis en jeu, les paramètres influençant la pathologie et les conséquences liées à la RSI.

Tout d'abord, quelques généralités sur le béton et les différentes phases le constituant (matrice cimentaire, granulats et auréole de transition) sont présentées dans la première partie de ce chapitre. Ensuite, les mécanismes de la formation de la RSI sont décrits en détaillant les mécanismes réactionnels (physico-chimiques, formation ettringite différée/DEF), l'endommagement et le gonflement engendré par cette formation. Enfin, les manifestations mécaniques des désordres de la RSI sont discutées à différentes échelles (échelle microscopique, du matériau et de l'ouvrage).

### **I.1 Généralités sur le béton**

Dans le domaine du génie civil, le béton est le matériau le plus utilisé dans la construction des ouvrages. Le béton a fait l'objet de nombreuses études scientifiques afin de mieux connaître sa microstructure et, de comprendre son comportement sous sollicitations extrêmes (mécanique, thermique, chimique, hydrique, ...) [15][28][59][205].

#### **I.1.1 Composition du béton**

Le béton est un matériau composite multiphasique, considéré comme un matériau homogène à l'échelle de la structure. Cependant, à l'échelle mésoscopique, il devient un matériau hétérogène, poreux, composé d'un arrangement de granulats durs, de différentes formes et dimensions, noyé dans une pâte de ciment, considérée comme une matrice homogène. À cette échelle mésoscopique, on peut aussi distinguer certains vides (les pores) dans la matrice (voir Figure I.1).

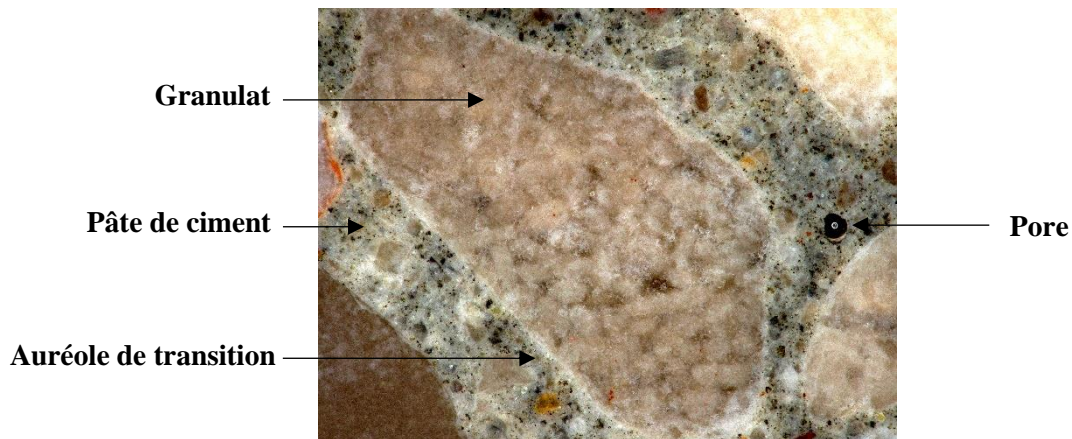


Figure I.1 Photographie prise au microscope numérique montrant les différents phases constituant le béton.

Chaque phase joue un rôle spécifique : la pâte de ciment constitue un liant hydraulique qui assure l'assemblage du matériau par des mécanismes de durcissement ; les granulats renforcent mécaniquement cet assemblage grâce à leur résistance mécanique relativement plus élevée que la pâte de ciment.

#### I.1.1.1 Matrice cimentaire : pâte de ciment

La pâte de ciment est la phase évolutive la plus complexe du béton qui représente 25 à 40% du volume de béton [171] et joue le rôle de liant assurant la cohésion entre les granulats. Son comportement est de type viscoélastique qui est une source de déformations différées observables du matériau béton (fluage, retrait de dessiccation). Il est le siège des réactions chimiques souvent agressives pour le béton (lixiviation, carbonatation, réaction de gonflement interne), sources de déformations différées observables du matériau béton (fluage, retrait de dessiccation) [28].

La pâte de ciment est obtenue par l'ajout d'eau au ciment anhydre (en poudre) qui produit une série de réactions chimiques entre l'eau et les composants de ciment, regroupée sous une seule réaction appelée réaction d'hydratation.

La quantité d'eau et le type de ciment influe sur la résistance de la pâte de ciment.

- **Composition de ciment**

Le clinker est composé de quatre oxydes [237] dont les formules chimiques et les nomenclatures sont mentionnées dans la Table I.1.

Oxydes	Formule chimique	Notation	% massique des phases
Silicate tricalcique	$3\text{CaO}, \text{SiO}_2$	$\text{C}_3\text{S}$	60 à 65%
Silicate bicalcique	$2\text{CaO}, \text{SiO}_2$	$\text{C}_2\text{S}$	20 à 25%
Aluminate tricalcique	$3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{C}_3\text{A}$	8 à 12%
Alumino-ferrite tétracalcique	$4\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{C}_4\text{AF}$	8 à 10%

Table I.1 Formules chimiques, nomenclatures et notations des quatre principaux composants du clinker de ciment et leurs pourcentages respectifs.

Parmi les types de ciment, on s'intéresse au ciment Portland où l'on distingue cinq types de ciment dont leurs compositions sont détaillées dans la fiche technique de CIM béton [119].

Le clinker est le composant principal de ces ciments. Il est obtenu par la cuisson d'un mélange approprié de 80% de calcaire et 20% d'argile ; ce qui correspond au 2/3 des silicates de calcium. Ensuite, ce clinker est broyé avec du gypse et des ajouts minéraux éventuels pour obtenir le ciment [21].

Le pourcentage de chaque oxyde dépend initialement des composants minéralogiques utilisés dans la fabrication du clinker. Une petite quantité de gypse  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (< 5% du ciment) est mélangée avec le clinker pour obtenir le ciment Portland. Ceci permet de rediriger la consommation des  $\text{C}_3\text{A}$  vers la création d'ettringite au début de la prise et de ralentir l'hydratation de  $\text{C}_3\text{A}$  en évitant ainsi le phénomène de prise rapide [21].

- **L'hydratation de ciment**

Le ciment anhydre réagit avec l'eau de gâchage en formant ce qu'on appelle les hydrates. L'hydratation de ciment est une réaction complexe accompagnée par un dégagement d'énergie sous forme de chaleur (réaction exothermique). Chaque oxyde de ciment qui réagit avec l'eau a sa propre cinétique en donnant les produits hydratés. Au cours de cette réaction, on peut identifier quatre étapes successives (voir Figure I.2).

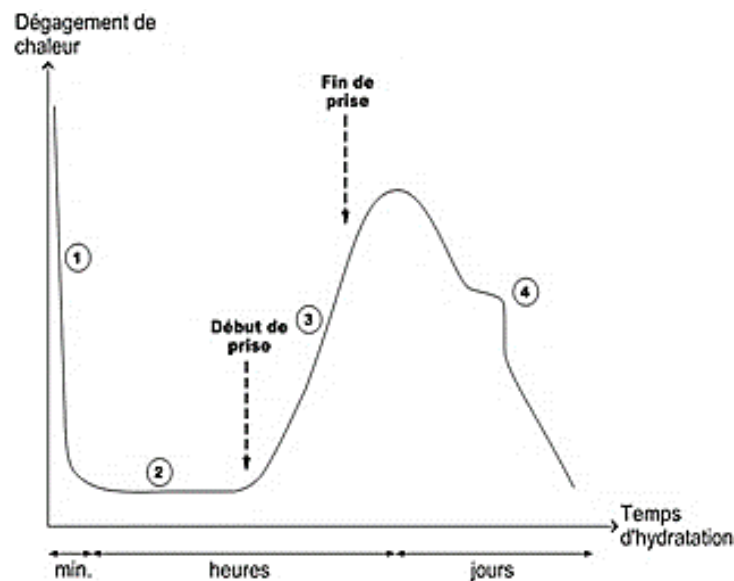


Figure I.2 Courbe calorimétrique schématisée représentant le dégagement de chaleur durant les quatre phases de l'hydratation du ciment [48].

**Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et la portlandite** (ou hydroxyde de calcium)  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  sont les principaux hydrates qui se forment en premier durant l'hydratation (voir Figure I.3). Les **C-S-H** constituent le composant le plus important et sa quantité formée impacte directement les propriétés mécaniques de la pâte de ciment [21]. La portlandite joue un rôle important sur la durabilité de la pâte

en maintenant le pH basique de la solution interstitielle et en influant sur les propriétés de transport et les propriétés de résistance aux attaques chimiques (par exemple, la carbonatation) [25]. Les autres produits sont les aluminates de calcium hydraté ( $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 32\text{H}_2\text{O}$  et  $4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 13\text{H}_2\text{O}$ ) qui ont peu d'influence sur les propriétés mécaniques de la pâte par rapport aux C-S-H et CH. **L'ettringite primaire ( $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 32\text{H}_2\text{O}$ ) ou Aft** se forme instantanément par la réaction entre les ions de  $\text{C}_3\text{A}$  et du gypse dissout dans l'eau. Le manque de sulfates dans la solution interstitielle engendre la dissolution de l'ettringite et la précipitation des **monosulfoaluminates de calcium hydraté ( $4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 13\text{H}_2\text{O}$ ) ou Afm**. La Table I.2 donne les proportions des hydrates, leurs tailles et leurs structures.

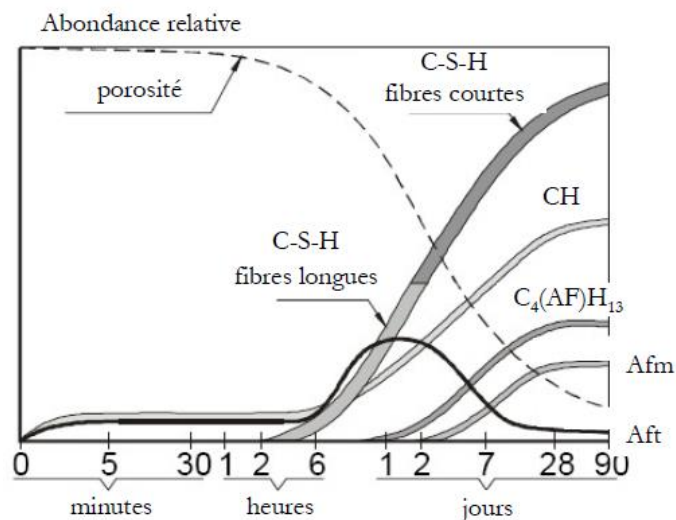
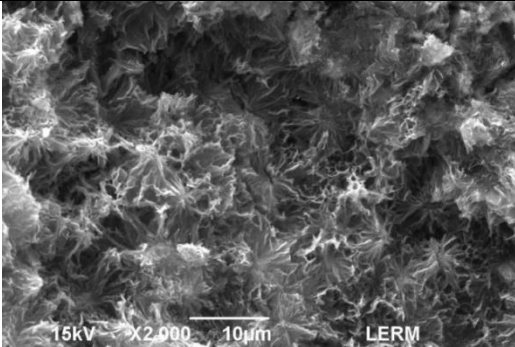


Figure I.3 Évolution de la formation des hydrates dans le ciment durant l'hydratation [151].

Hydrates	% massique	Taille	Structures - MEB
C-S-H (Silicates de calcium hydratés)	50 – 70 %	60 x 30 x 5 nm <sup>3</sup>	 <p>15kV x2,000 10µm LERM (CaO)<sub>1,7</sub>(SiO<sub>4</sub>)(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub></p>

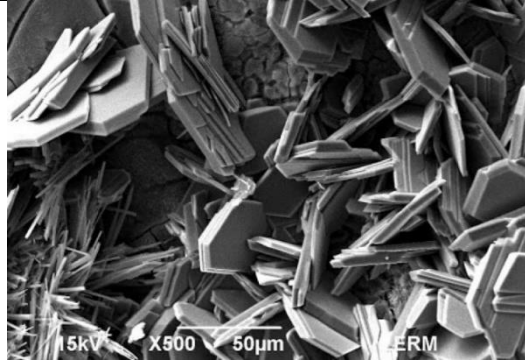
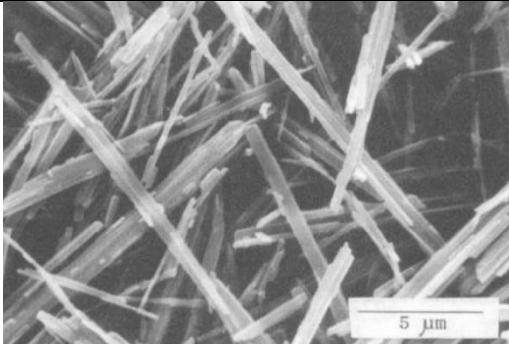
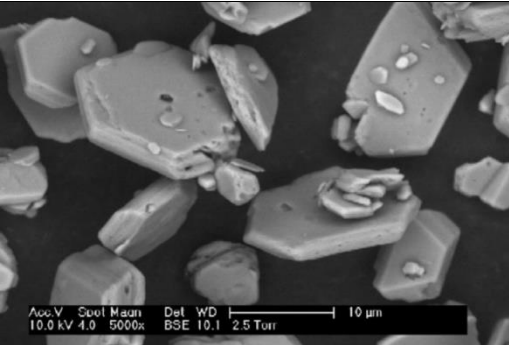
<p>CH (Hydroxyde de calcium ou portlandite)</p>	<p>25 – 27 %</p>	<p>100 µm</p>	 <p>Ca(OH)<sub>2</sub></p>
<p>Aft (Trisulfoaluminate de calcium Hydraté)</p>	<p>15 – 20 %</p>	<p>10 – 50 µm</p>	 <p>(CaO)<sub>6</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)(SO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 32H<sub>2</sub>O</p>
<p>Afm (Monosulfoaluminate de calcium Hydraté)</p>		<p>5 – 10 µm</p>	 <p>(CaO)<sub>3</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)(CaSO<sub>4</sub>), 12H<sub>2</sub>O</p>

Table I.2 Les quatre principaux hydrates d'une pâte de ciment : nomenclature, pourcentage, dimensions moyennes et clichés pris au microscope électronique à balayage [230][30].

- **Rapport Eau/Ciment (E/C)**

Le rapport Eau/Ciment, noté E/C, a un impact important sur la microstructure et les propriétés de la pâte de ciment. Les grains de ciment anhydre consomment l'eau de gâchage durant les réactions d'hydratation en formant les produits hydratés qui assurent la cohésion du matériau durci. Un excès d'eau entraîne la formation de pores dans la matrice cimentaire, ce qui entraîne une diminution de la résistance mécanique et une augmentation des propriétés de transport (voir Figure I.4). Le rapport E/C est un paramètre important dans la préparation de la pâte de ciment qui peut considérablement modifier la réponse du matériau cimentaire et qui joue un rôle important sur la durabilité des structures (déformation différée [28], réaction sulfatique [144], carbonatation [252]).

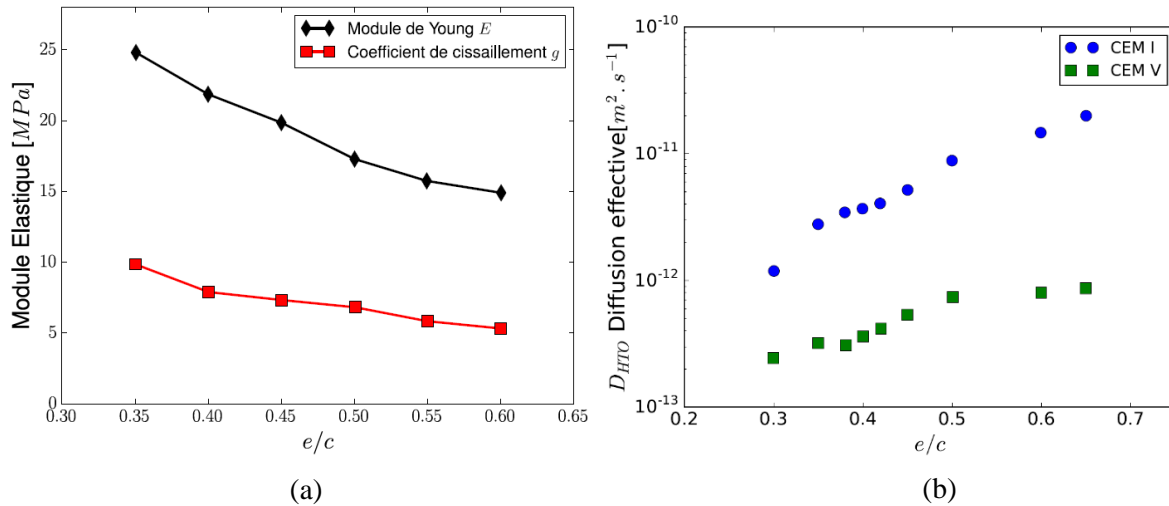


Figure I.4 Influences du rapport E/C sur les propriétés : (a) Mécaniques [101] ; (b) Diffusives du béton [27].

### I.1.1.2 Inclusions : les granulats

Les granulats sont la phase majoritaire du béton et représentent 60 à 80% de son volume. Leurs caractéristiques et leurs propriétés mécaniques permettent d'accroître celles du béton comme le module d'Young ainsi que les résistances en traction et en compression. La qualité, la minéralogie, la forme et la granulométrie appropriées aux granulats jouent un rôle important dans la détermination du comportement mécanique [59][67][155] et thermique [59].

- **Origine et nature des granulats**

Les granulats utilisés dans la formulation du béton proviennent des roches formées naturellement qui diffèrent selon leur mode de formation. Trois familles de roches existent [253] :

- Les **roches éruptives** ou **magmatiques** qui se forment lors de refroidissement du magma. La profondeur des magmas influe sur sa vitesse de refroidissement. Un refroidissement rapide à la surface conduit à la formation des roches dites plutoniques telles que les granites ; un refroidissement lent conduit à la formation des roches dites volcaniques telles que les basaltes ;
- Les roches **métamorphiques** (comme le quartzite) se forment par la transformation à l'état solide des roches sédimentaires, magmatiques sous pression et à hautes températures ;
- Les roches **sédimentaires** qui se forment à la suite de l'altération des roches métamorphiques et éruptives. Les particules de ces roches décomposées sont transportées par l'eau ou le vent et se déposent comme sédiment dans l'océan ou sur les faces des montagnes en formant les roches sédimentaires.

Les granulats calcaires et siliceux sont les plus utilisés dans le béton ordinaire [119]. Quel que soit le type de granulats utilisés, le béton présente des caractéristiques intrinsèques résultant des procédés utilisés pour obtenir les granulats. Ces différentes caractéristiques sont présentées ci-après.

- **Géométrie des granulats**

Outre leur composition chimique, les granulats sont différenciables par la forme et la taille de leurs grains. Concernant la forme, on distingue trois classes des granulats quelles que soient la nature et l'origine des granulats :

- Les granulats alluvionnaires ou granulats roulés extraits de ballastières naturelles ou dragués en rivière ou en mer ;
- Les granulats concassés de formes anguleuses, obtenus à partir de roches exploitées en carrière ;
- Les granulats recyclés qui sont obtenus soit par broyage (démolition des matériaux de construction tels que le béton, les graviers et les pierres), soit en utilisant des sous-produits tels que les laitiers de four et les sables de fonderie...).

L'utilisation des granulats roulés favorise l'ouvrabilité du béton plus que les granulats concassés. En revanche, l'usage des granulats concassés développe une meilleure liaison avec la pâte de ciment plus que les granulats roulés [4][175].

Concernant la taille, les granulats sont classés selon les dimensions de leurs grains [160]. Les classes des granulats sont désignées par le couple d/D avec d la dimension minimale du granulat et D la dimension maximale du granulat. Les intervalles d/D sont appelés classes granulaires [119]. Par taille croissante, les granulats utilisés dans la fabrication des bétons sont les fillers, les sables, les gravillons, les graves et les ballasts [180] (voir Table I.3).

Catégories	Classes	Dimensions
Fillers	0/D	$D \leq 2$ mm avec au moins 85% de passant à 1,25 mm et 70% de passant de 0,063 mm
Sables	0/D	$D \leq 4$ mm
Gravillons	d/D	$d \geq 2$ mm et $D \leq 63$ mm
Graves	d/D	$d \geq 6,3$ mm et $D \leq 80$ mm
Ballasts	d/D	$d \geq 31,5$ mm et $D = 50$ ou 63 mm

Table I.3 Différentes classes granulaires utilisées selon la norme NF P18-545 [119].

La courbe granulométrique représente cette distribution, en pourcentage, des poids des matériaux passant dans des tamis et passoirs de dimensions normalisées [119] (voir Figure I.5). Cette distribution doit être optimisée afin de réduire le volume des vides et améliorer la compacité du béton.



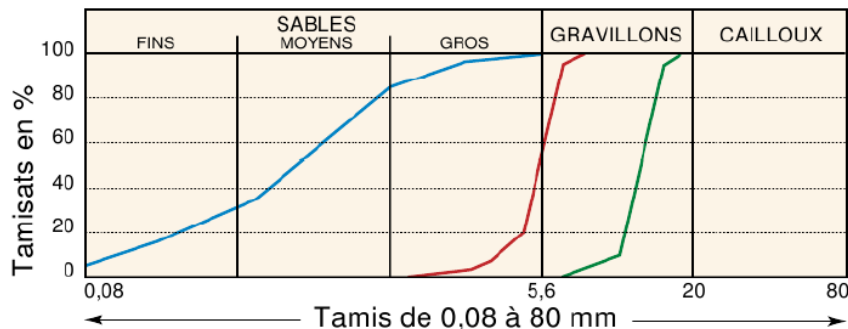


Figure I.5 Exemples de courbes granulométriques d'un sable et de deux gravillons [119].

### I.1.1.3 Interphase matricielle-cimentaire-granulat

Cette zone couramment appelée « auréole de transition » ou ITZ pour « Interfacial Transition Zone », se forme pendant le processus d'hydratation du ciment. Il s'agit d'une zone intermédiaire qui entoure les granulats dans un mélange de béton. Cette zone se forme quand la pâte de ciment et le granulat entrent en contact.

- **Généralités : microstructure et composition**

L'ITZ est une zone présentant des propriétés différentes de celles de la pâte de ciment et des granulats. En effet, l'ITZ possède généralement une résistance mécanique plus faible et une porosité plus élevée que la pâte de ciment du fait de la présence des granulats qui modifient localement la microstructure de la pâte de ciment [190]. Cette modification est à l'origine de plusieurs mécanismes qui ont lieu dans cette zone :

- L'effet de paroi expliqué par une perturbation de l'arrangement des particules fines de ciment en contact avec les granulats perçus comme un des obstacles de plus grande dimension et relativement plats. Ceci conduit à un rapport E/C élevé dans cette zone et, par conséquent, à une porosité plus élevée [216].
- L'effet du micro-ressuage ou effet de pesanteur en raison de la différence de densité des composants du béton. Sous l'effet de la gravité, l'eau du micro-ressuage reste piégée au fond des granulats. Ce processus entraîne un gradient interfacial local du rapport E/C, ce qui donne lieu à une porosité inhomogène dans cette zone. Cette porosité est particulièrement visible dans la zone au-dessous des granulats, comme en témoigne la formation de vides après l'évaporation d'eau [260].
- Ces deux phénomènes combinés avec d'autres effets comme l'effet de la « croissance unilatérale » [29] et le « transport de la portlandite » [216] ont pour conséquence une augmentation du rapport E/C au voisinage du granulat favorisant l'hétérogénéité de l'interface (voir Figure I.6).

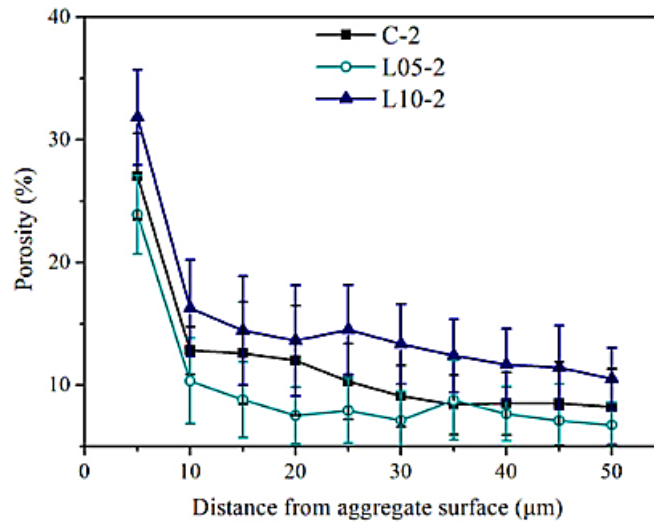


Figure I.6 Évolution de la porosité de la pâte de ciment en fonction la distance par rapport au granulat [260].

Cette perturbation de microstructure à l'interface pâte de ciment-granulat se forme sur une épaisseur qui varie entre 10 μm pour les Bétons à Haute Performance (BHP) et 50 μm pour les béton ordinaires (BO) [72]. Plusieurs modèles décrivent la microstructure de cette zone : Barnes [20], Zimelman [272] et Monteiro [170]. Par ailleurs, il est admis que cette zone est composée généralement de deux régions bien distinctes [20] :

- Le « film duplex » au voisinage des granulats, composé de deux sous-couches denses de particules de ciment hydraté liées au granulat et d'épaisseur 1 μm environ, qui sont en contact étroit les unes avec les autres. La première sous-couche est formée de cristaux de portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) perpendiculaires à la surface des granulats et la seconde est composée de C-S-H.
- La « zone intermédiaire » plus poreuse composée d'un mélange de ciment anhydre et hydraté. Cette région est constituée des C-S-H, des grains d'Hadley, de la portlandite et de l'ettringite qui sont moins liés au granulat (voir Figure I.7).

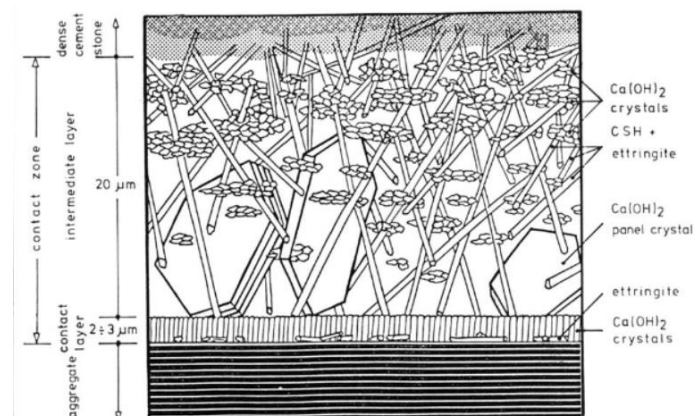


Figure I.7 Description schématique de la morphologie, du positionnement et de la nature des hydrates d'une pâte de ciment durcie près d'un granulat [272].

La microstructure fine de l'ITZ dépend de plusieurs facteurs : le rapport E/C, les granulats (granulométrie, minéralogie, porosité, rugosité) et les adjuvants (voir Annexe VII.3).

### I.1.2 Influence de l'ITZ sur le comportement du béton

D'un point de vue mécanique, l'ITZ est la phase la plus faible du béton et a un effet non négligeable sur son comportement mécanique. Les granulats et la pâte de ciment ont un comportement mécanique de type élastique fragile tandis que le béton peut développer un certain endommagement apparent et exhiber un comportement quasi-fragile [165]. Ce phénomène confirme les conclusions de Karihaloo et al. [133]. Ils ont proposé que les microfissures formées dans les zones de transition pâte-granat soient à l'origine du comportement non élastique avant le pic et la transition de la réponse linéaire à la réponse non linéaire d'un béton (voir Figure I.8).

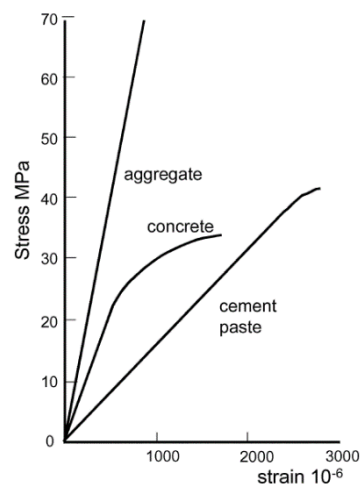


Figure I.8 Comparaison des courbes contrainte-déformation pour les granulats, la pâte de ciment et le béton. Le comportement quasi-fragile du béton illustre l'importance de l'ITZ sur les propriétés macroscopiques du béton [216].

L'influence de l'ITZ sur le comportement du béton en termes de résistance mécanique, fissuration et durabilité a fait l'objet de plusieurs études au cours de ces dernières années. Des nombreuses approches analytiques, expérimentales (mécanique, MEB, micro-indentation) et numériques ont été menées pour répondre à cette question.

Selon Scrivener et al. [216], l'impact de l'ITZ sur les propriétés mécaniques est considérable, entraînant notamment une augmentation de la fragilité du béton. Ce point de vue a été confirmé par Mindess [164] et Zheng [268], en considérant que cette zone est un point faible des bétons classiques et peut impacter ou modifier fortement ses propriétés mécaniques. Nilsen et al. [249] ont évoqué une surévaluation des propriétés élastiques du béton si les propriétés de l'ITZ ne sont pas prises en compte comme troisième phase.

Pour estimer l'effet de l'interface sur les propriétés mécaniques du béton, Alexander et al. [10] ont estimé que sa résistance est approximativement égale à 50% de la résistance de la pâte de ciment. Husem

[117] a montré qu'une fonction linéaire lie la résistance du béton aux résistances de la matrice cimentaire, des granulats et de la liaison matrice cimentaire-granulat. Il a montré que la liaison matrice cimentaire-granulat contribue trois fois plus que la matrice cimentaire à la résistance en compression du béton (67% pour liaison contre 21% pour la matrice). Les travaux de Oztekin [193] ont démontré que la contribution de la résistance de l'interface granulat-mortier est environ la moitié de celle du mortier. Récemment, Honorio et al. [114] ont mis en avant l'impact de l'ITZ dans les propriétés viscoélastiques du mortier et du béton. En revanche, Rangaraju [208] et Le Roy [142] n'ont pas soutenu ce point de vue, en considérant que l'ITZ n'impacte pas la résistance mécanique du béton. Cette contradiction des points de vue est justifiée puisque les formulations des éprouvettes de béton (type de ciment, nature et forme des granulats et rapport E/C) et les conditions de conservation sont différentes.

D'autres approches numériques ont été utilisées pour mieux appréhender l'influence de l'ITZ sur le comportement mécanique de béton [137][157]. Les modèles numériques de Maleki et al. [157] ont confirmé l'effet de l'ITZ sur le comportement du béton à l'échelle mésoscopique, composé de trois phases. Ils ont confirmé que l'épaisseur de l'ITZ a un effet prononcé sur le comportement en traction du béton. En effet, lorsque cette épaisseur varie de 0,05 mm (épaisseur réelle de l'ITZ) à 1 mm, la résistance à la traction est réduite d'environ 26% (voir Figure I.9).

À l'échelle mésoscopique, Kamali-Bernard et al. [132] ont réalisé des simulations 3D de compression sur un bloc de béton de 33 mm de côté. Ce béton est constitué de granulats sphériques, de diamètre 10mm avec une fraction volumique de 39%, entourés d'ITZ sphériques, agglomérés dans une matrice de mortier. La matrice de mortier et l'ITZ ont un comportement élastoplastique endommageable alors que les granulats ont un comportement élastique. Des résultats numériques comparables ont été obtenus avec une simulation prenant en compte une ITZ de 50  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et une simulation sans prise en compte de l'ITZ.

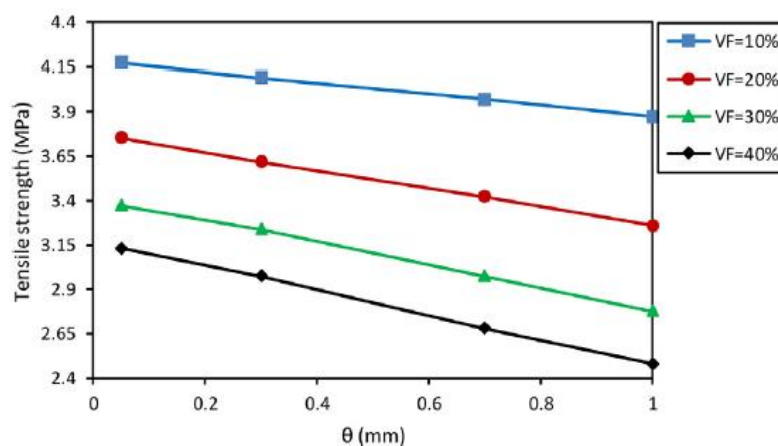


Figure I.9 Effet de la fraction volumique de l'ITZ (VF) sur la résistance à la traction du béton en fonction de  $\theta$  l'épaisseur de l'ITZ [157].

D'un point de vue hydrique, des recherches ont été menées sur l'influence de l'ITZ en lien avec la durabilité et la perméabilité du béton. On peut noter deux points de vue différents dans la communauté scientifique :

- Mindess et al. [163] ainsi que Wakely et al. [254] ont considéré que l'ITZ n'a pas d'impact sur la perméabilité et les propriétés de transport du béton.
- Valenta [250] et Tognon et al. [245] ont mentionné l'effet significatif de l'ITZ sur la perméabilité et la durabilité du béton tout en dépendant de sa microstructure.

Le lecteur désireux d'approfondir ces propriétés de transport pourra consulter [20][39][84][266][268]. Le présent travail se concentre uniquement sur les propriétés mécaniques.

### **I.1.3 Propriétés des matériaux de l'ITZ**

Thomas et Slate [243] ont constaté expérimentalement que la résistance à la traction de l'interface variait, atteignant 33 à 67% de la résistance à la traction de la pâte de ciment ou du mortier. Néanmoins, ces résultats dépendent de la nature du granulat, de la forme et de la rugosité de sa surface. Les échantillons mésoscopiques utilisés pour ces études n'ont pas permis de localiser la rupture à l'interface. Les travaux de Rangaraju et al. [208] et Guo et al. [94] ont montré qu'un rapport d'environ un tiers à un demi est estimé entre la résistance à la traction de l'interface mortier-granulat et celle du mortier.

Mielniczuk et al. [162] ainsi que Jebli et al. [128] ont caractérisé le comportement des composites granulat-pâte de ciment à l'aide de billes sphériques. Deux granulats, de forme sphérique, sont joints par un pont de pâte de ciment tel que décrit sur la Figure I.11. Des essais de compression directe et de traction sont réalisés sur ces échantillons (voir Figure I.11(a)). Les auteurs ont constaté que la résistance à la compression des échantillons est 5 fois plus grande que la résistance à la traction. Jebli et al. [128] ont développé une campagne expérimentale avec des échantillons parallélépipédiques centimétriques où l'interface pâte de ciment-granulat a été testée en traction directe et en cisaillement direct (sans confinement). Ils ont montré que la résistance de l'interface en traction et en cisaillement est de l'ordre de 70% de celle de la pâte de ciment pure. À partir des données expérimentales, ils ont mis en évidence une relation linéaire entre la résistance en traction et en cisaillement, avec un rapport estimé à 1,5 (Figure I.11(b)). Ce rapport a aussi été introduit dans les travaux de Nguyen [181] qui a montré que la résistance au cisaillement est liée à la résistance en traction pour des échantillons composites de dimensions  $20 \times 20 \times 100 \text{ mm}^3$  (voir Figure I.10). Il a montré que la résistance au cisaillement est environ 1,5 fois plus élevée que la résistance en traction.

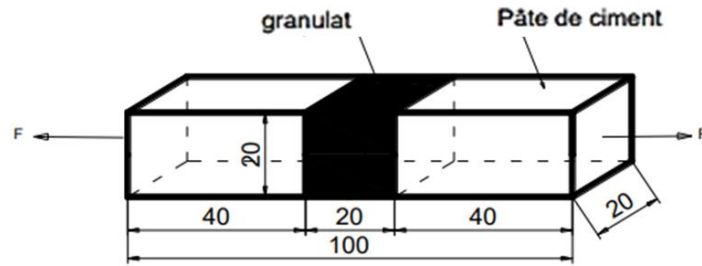


Figure I.10 Constitution du composite « roche-pâte de ciment » pour l'essai de traction (dimensions en mm).

Récemment, Lhonneur [149] a testé des échantillons de pâte de ciment et composites pâte de ciment-granulat siliceux (de dimension  $1 \times 1 \times 3 \text{ cm}^3$ ) en flexion trois points centrée. Il a montré que les échantillons composites sont plus résistants que les échantillons de pâte de ciment pure.

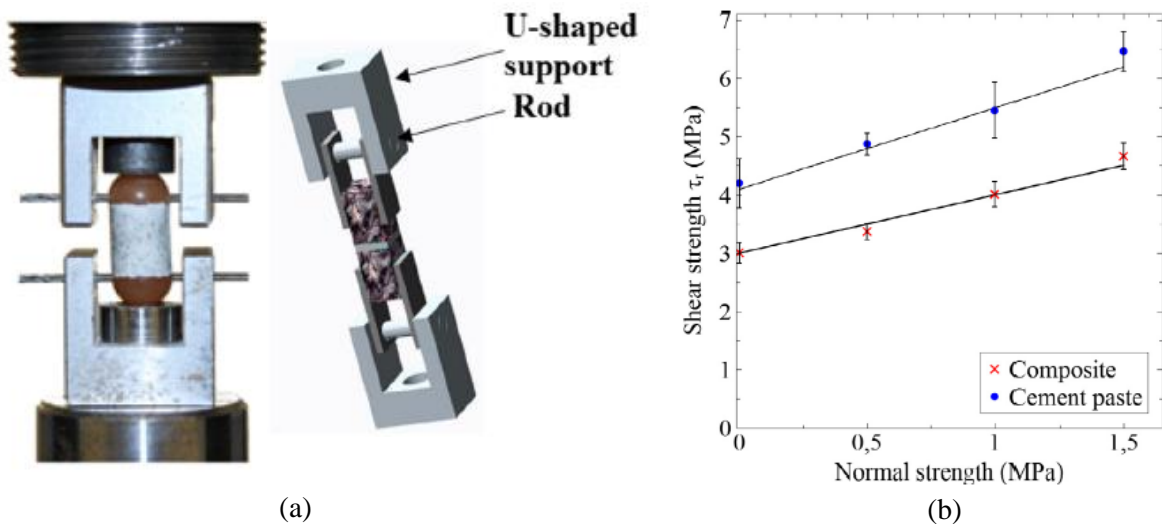


Figure I.11 (a) Essai de traction directe sur des échantillons composites [160] et [128] ; (b) Relation entre la résistance au cisaillement et à la traction des échantillons composites de taille  $1 \times 1 \times 3 \text{ cm}^3$ .

Certains travaux sont dédiés à la caractérisation des propriétés micromécaniques de l'ITZ par la microdureté sur des échantillons composites à base de ciment [55]. Trik et al. [247] ont visualisé une nette diminution, de l'ordre de 10%, de la valeur du module d'élasticité dans la zone de  $30 \mu\text{m}$  par rapport au module d'élasticité dans la zone de la matrice cimentaire. Récemment, Gîrboveanu et al. [88] ont réalisé des essais de nano-indentation sur des éprouvettes composites pâte de ciment-granulat de forme parallélépipédique confectionnées avec un ciment de type CEM II et des granulats calcaires (voir Figure I.12). Afin de déterminer la dureté moyenne et le module d'indentation moyen loin du granulat, plusieurs mesures ont été effectuées dans la zone proche du granulat. La Figure I.12 montre que l'ITZ présente un module d'indentation plus faible que la pâte de ciment, loin du granulat. Par conséquent, la rigidité

de la pâte de ciment diminue aux abords du granulat et remonte légèrement en se rapprochant de la pâte. L'épaisseur de l'ITZ a été estimée à 20  $\mu\text{m}$ , à partir de ces histogrammes.

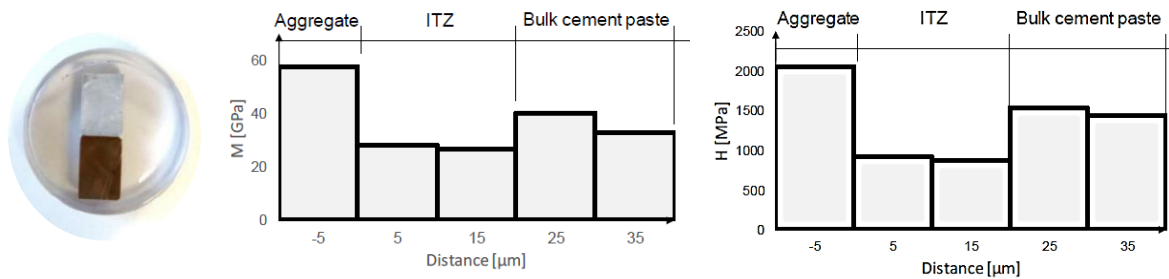


Figure I.12 (a) Forme d'échantillon composite préparé pour l'essai de nano indentation ; (b) Évolution graduelle du module d'indentation (M) et de la dureté (H) dans la zone proche du granulat [88].

### I.1.4 Conclusion

Dans cette partie, un état de l'art sur les caractéristiques microstructurales du béton a été présenté. En particulier, le rôle de l'ITZ sur le comportement mécanique effectif du béton a été mis en évidence. L'épaisseur de cette zone localement plus poreuse que la pâte de ciment, crée un gradient des propriétés mécaniques entre la pâte de ciment et l'agrégat, avec notamment une adhérence moins importante que celle de la pâte de ciment.

Les recherches sur la liaison « pâte de ciment-granulat » ont montré des divergences, notamment sur le fait de considérer l'ITZ comme une phase avec des propriétés mécaniques différentes de celle de la pâte de ciment et du granulat ou, de négliger son impact sur le comportement physico-mécanique du béton. Peu de travaux mettent en exergue ses caractéristiques mécaniques, telles que le module d'Young et sa résistance.

Ainsi, pour mieux appréhender le rôle de l'interface dans le comportement mécanique du béton, ce travail propose de mettre en place une campagne expérimentale d'essais mécaniques (traction, cisaillement et flexion trois points), sur des échantillons composites, de forme parallélépipédique, composés de pâte de ciment CEMI liée à un granulat siliceux. Le protocole expérimental est détaillé dans le chapitre III. Par la suite, des simulations numériques 2D seront réalisées pour modéliser le comportement mécanique de l'interface ciment-granulat, à l'échelle de la matière (échelle locale). Ces simulations reposent sur les Modèles de Zones Cohésives (CZM), en considérant l'ITZ comme une interface où une loi d'endommagement surfacique modélise la pâte de ciment et le granulat. Cette stratégie de modélisation est abordée dans le chapitre II après avoir réalisé un état de l'art sur la pathologie RSI dans la section suivante (§I.2).

## **I.2 La réaction sulfatique interne**

Les réactions sulfatiques se caractérisent par la précipitation importante d'ettringite dans les pores et les fissures, ce qui entraîne un gonflement local et une fissuration du matériau sous l'effet d'une déformation différentielle. La source de sulfate permet de distinguer deux types de réactions sulfatiques : les réactions sulfatiques externes (RSE) et les réactions sulfatiques internes (RSI). Pour ces dernières, la source de sulfate est une phase du matériau, telle que les granulats (RSIg) ou la pâte de ciment (RSIc).

Dans cette thèse, on s'intéresse à la RSIc dont l'apport de sulfate est le ciment. La RSI est une pathologie endogène rencontrée dans le béton et mise en évidence sur des éléments de structures réelles à la fin des années 1980 sur des pièces préfabriquées soumises à une cure thermique ; ces pièces ont subi une dégradation ainsi qu'une diminution de leurs performances mécaniques [108]. Depuis la fin des années 1990, les recherches s'accroissent sur l'étude de cette pathologie afin d'en déterminer les causes, les effets d'apparition et de mieux comprendre l'impact de cette pathologie sur le béton [5][15][41][63][155][158].

La RSI est donc une pathologie qui se déclenche dans les matériaux cimentaires qui subissent une élévation de température au-delà de 65°C. À cette température, l'ettringite se déstabilise en milieu fortement humide ou saturé. En revenant, à la température ambiante, l'ettringite se reforme en provoquant des désordres structuraux qui se manifestent par l'apparition d'un gonflement et de microfissures internes.

L'origine de l'échauffement du béton au jeune âge provient :

- Soit de l'histoire thermique du béton au jeune âge. Cette histoire thermique, sous certaines conditions hydro-chimiques, peut entraîner la formation de l'ettringite dans des matériaux durcis tels que les bétons préfabriqués traités thermiquement et les bétons coulés en place en pièces massives [212].
- Soit d'un échauffement tardif du béton durci, provoquant l'instabilité de l'ettringite déjà formé et induisant sa dissolution. L'ettringite se reforme au retour à la température ambiante et sous certaines conditions [17][135][136].

Dans ce qui suit, la RSI est décrite en focalisant sur trois points fondamentaux : les mécanismes de formation, les conséquences mécaniques sur le béton et les paramètres influençant la formation de l'ettringite différée.

### **I.2.1 Mécanismes de formation de l'ettringite**

Les conditions de formation d'ettringite dans le béton durci sont très particulières. Trois facteurs sont indispensables à son apparition :

- la composition de ciment en alcalins : sulfates et aluminates,



- la température élevée ( $> 65^{\circ}\text{C}$ ),
- la présence d'eau ou d'une humidité relative élevée (proche de 100%).

L'élévation de température au-delà d'un seuil favorise la solubilité de l'ettringite. Dans ce cas, l'ettringite perd progressivement son eau de constitution, ce qui la rend amorphe et engendre sa dissolution ou décomposition [270]. Cette dissolution est traduite par une importante concentration en ions sulfates ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) dans la solution interstitielle du béton qui constituerait un réservoir important d'ions sulfates [102]. Les travaux de Wieker [257] consistaient à surveiller la concentration en ions sulfates de la solution interstitielle d'un matériau soumis à un échauffement thermique. Ils ont montré des concentrations importantes en sulfates au bout de l'échauffement qui diminue avec le temps. Après 24 heures, cette concentration reprend une valeur normale avec moins de sulfates dans la solution interstitielle. Cette chute en concentration de sulfates est expliquée par Divet [63]. Il a montré que la solution interstitielle est temporairement riche en ions sulfates, et qu'après ceux-ci seront absorbés dans les hydrates préexistants, principalement les C-S-H, ou précipités sous forme de monosulfoaluminates. Donc, une partie de ces ions sulfates obtenus par dissolution de l'ettringite est adsorbée au niveau des feuillettes des C-S-H avec une liaison  $\text{SO}_4^{2-}/\text{C-S-H}$  instable et susceptible de rompre au cours du temps en fonction de l'équilibre électro-chimique de la solution interstitielle [57][62][122][176][212][238]. Ainsi, les C-S-H peuvent libérer des sulfates dans la solution interstitielle du béton constituant ainsi une sorte de réserve [89]. Par ailleurs, Peycelon et al. [201] ont montré que la capacité d'adsorption des C-S-H augmente avec l'augmentation du rapport  $\text{CaO}/\text{SiO}_2$  du ciment.

A température ambiante, une désorption des sulfates dans la solution interstitielle aura lieu et engendrera, en présence d'un taux d'humidité importante, une précipitation de l'ettringite dans un milieu confiné. La précipitation de ce cristal se produit préférentiellement dans le squelette poreux tels que les pores, les fissures et au niveau de l'interface pâte-granulat (ITZ) qui présente une plus grande porosité [89] (voir section I.1.1.3). Une fois cette porosité comblée, cette précipitation est susceptible de développer des pressions de cristallisation locales élevées qui seront à l'origine d'un gonflement de la pâte de ciment et qui entrainera in fine des micro-fissuration puis des macro-fissurations dans l'ensemble de la structure en béton. Il en résulte que ce caractère expansif, ou non de l'ettringite, dépend principalement de la composition chimique du ciment (teneurs en aluminates, alcalins et sulfates) et de l'histoire thermique du matériau.

La structure cristallographie de l'ettringite, la différence entre ettringite primaire, secondaire et différée, ainsi que les différentes théories de l'expansion de l'ettringite peuvent être trouvées en Annexe VII.4.

## I.2.2 Paramètres influençant la RSI

La réaction sulfatique interne constitue une pathologie particulièrement complexe. La concomitance de plusieurs conditions (thermiques, hydriques et chimiques) est nécessaire pour que la RSI se produise et se développe. Nous décrivons dans cette section les principaux facteurs influençant la pathologie,

comme identifiés par la communauté scientifique [42][77][83][118][145][155][195][238]. Ces facteurs sont nombreux et doivent être pris couplés et non étudiés séparément, comme le recommandent les travaux de Brunetaud et al. [42].

### **I.2.2.1 Histoire thermique au jeune âge**

Comme mentionnée précédemment, l'histoire thermique subie par le béton en durée et intensité est un facteur déterminant au déclenchement de la RSI. En fait, la plupart des structures qui ont été diagnostiquées avec une réaction sulfatique interne sont des structures massives en béton ou des parties préfabriquées. La température d'échauffement initiale est une condition nécessaire au développement de l'ettringite tardive dans le béton. Cependant, l'hydratation du ciment est une réaction exothermique, ce qui peut entraîner une élévation importante de la température dans le cas de parties massives de structures en béton. En effet, le dégagement de chaleur dû à la réaction d'hydratation combiné à une géométrie complexe de la pièce pour évacuer la chaleur conduit à une augmentation de la température au cœur. Dans le cas des éléments de béton préfabriqués, un traitement thermique est effectué afin d'assurer une certaine résistance au matériau à un âge précoce. Plusieurs études ont été menées pour connaître l'influence de la cure thermique sur la formation différée d'ettringite. Le traitement thermique est caractérisé par deux paramètres :

- **Température de cure**

Cette température représente la température maximale atteinte pendant l'histoire thermique. La température au jeune âge a été identifiée comme le facteur le plus influent sur le déclenchement de la RSI. Des résultats expérimentaux de Hime [112], Brunetaud [41] et Famy [75] confirment la présence d'un seuil de température au-dessus duquel il y a risque de RSI. Ce seuil de température est conditionné par différents paramètres, dont la composition du ciment et la formulation du béton, et aucun lien entre ces paramètres n'a été établi à ce jour. Selon certains auteurs [82][140][186], la RSI pourrait être engendrée par l'hydratation d'un matériau cimentaire à des températures supérieures à 70°C. Par ailleurs, Sahu et al. [209] ont démontré, par des examens sur des traverses de chemin de fer fissurées, que l'ettringite différée était à l'origine de ces dommages, malgré le fait que la température de traitement subie n'ait pas dépassé 60°C. Par conséquent, les auteurs concluent que dans certaines conditions favorables (teneur élevée en alcalins, en sulfates et en ciment C<sub>3</sub>S, degré de ciment élevé, béton avec une teneur élevée en ciment et un faible rapport E/C), la DEF peut se produire pour des températures inférieures à 70°C. Néanmoins, il a été démontré que cette température seuil est affectée par la durée de la phase de chauffage [195]. Selon Fu et al. [83], Famy [77] et Lawrence [140] une élévation de la température de cure augmente les gonflements finaux observés (quasiment le double). Fu et al. [83] ont trouvé des expansions beaucoup plus importantes sur un mortier chauffé à 90°C (1,5%) par rapport à un autre chauffé à 80°C (0,8%), avec une même durée de cure de 12 heures. Ces expansions sont représentées sur la Figure I.13.

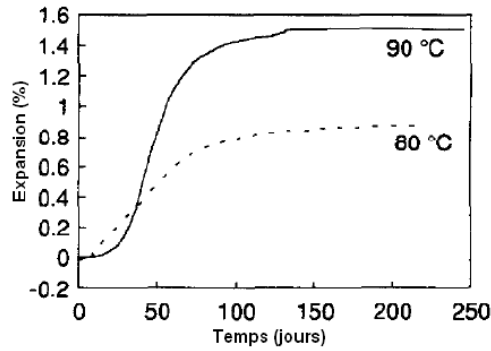


Figure I.13 Expansion d'un mortier (dimension 4x4x16 cm<sup>3</sup>) chauffé pendant 12 heures respectivement à 80°C et 90°C [83].

- **La durée de chauffe**

Brunetaud [41], Kchakech [135] et Baghdadi [15] ont démontré qu'à un niveau de température donné, la cinétique de gonflement ainsi que l'expansion finale augmentent avec le temps de cure thermique jusqu'à un maximum où l'expansion finale diminue. Selon ces auteurs, il s'agit de l'effet pessimum.

L'étude de Brunetaud [41] a montré qu'un béton peut présenter des gonflements importants (estimé à 1,2%) pour une température de 85°C sur 48 heures, alors qu'un gonflement moins important est mesurée pour une cure de 2 heures à 80°C (estimé à 0,2%) et de 10 jours à 85°C (estimé à 0,1%). Baghdadi [15] a montré qu'en appliquant un traitement thermique au jeune âge de 80°C, pendant 3 jours, cela entraînait des taux d'expansion ultimes plus élevés qu'une cure d'un jour ou de cinq jours à 80°C (voir Figure I.14). Il a également déclaré que le temps de cure a un effet sur la cinétique de la réponse, puisque la cure d'un jour présente un retard de gonflement par rapport aux deux autres courbes (3 et 5 jours).

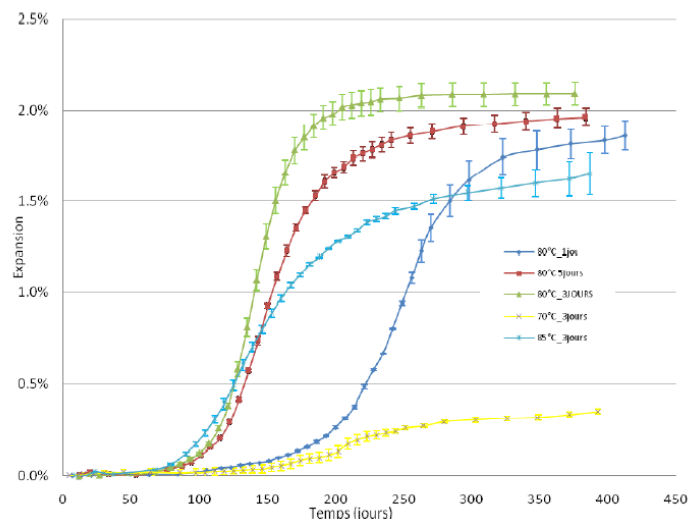


Figure I.14 Effet de la température de cure sur les expansions pour des éprouvettes de béton conservées à 20°C [15].

Sur la base de ces résultats, Kchakech [135] a établi une campagne globale avec des durées allant de 1 à 14 jours. La Figure I.15 montre les résultats de l'expansion de la même formulation de béton pour différentes durées de cure à des températures de 71°C (a) et 81°C (b). Les données acquises révèlent que dans les deux cas, plus le temps de chauffe est long, plus la cinétique d'expansion est rapide. Les expansions finales obtenues montrent une influence de la durée de chauffe. Cet impact apparaît pour un temps de maintien d'environ 12 jours dans le cas d'un traitement thermique à 71°C, et pour une période de maintien comprise entre 3 et 5 jours dans le cas d'un traitement thermique à 81°C. Ces travaux mettent en évidence l'effet pessimum.

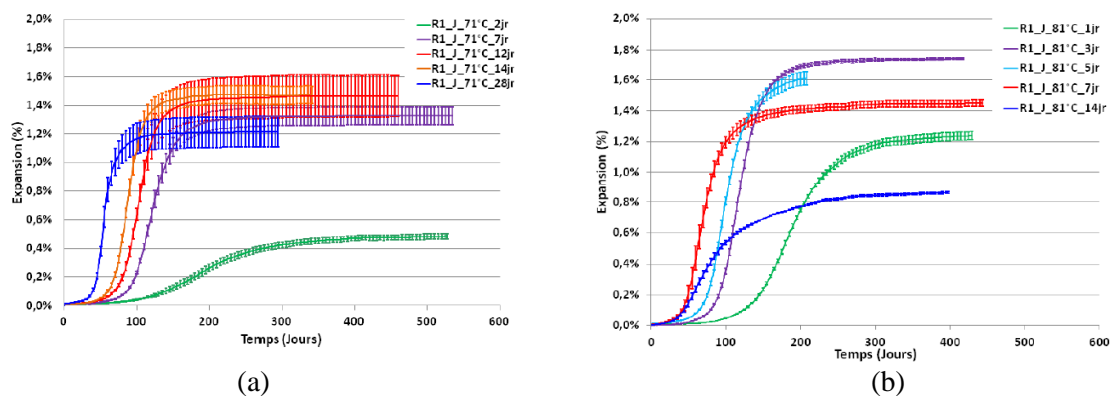


Figure I.15 Expansion des prismes 11x22 cm pour le béton R1 (béton réactif) traité à : (a) 71°C pendant 2, 7, 12, 14 et 28 jours ; (b) 81°C pendant 1, 3, 5, 7 et 14 jours (J correspond au traitement thermique après le coulage) [135].

### I.2.2.2 Formulation du béton

La RSI est affectée par les propriétés spécifiques du matériau. Les quantités initiales d'aluminates, de sulfates et d'alcalins, la finesse du ciment et l'importance des ajouts de minéraux figurent parmi les facteurs les plus importants liés au ciment. Le rapport eau/ciment, l'ajout de sable à la pâte de ciment, ainsi que la taille et la composition minéralogique des granulats sont les facteurs les plus importants dans la formulation du béton. L'ensemble de ces facteurs fait l'objet d'un travail de synthèse bibliographique important qui fait l'objet de l'Annexe VII.5.

### I.2.2.3 Conditions de conservation

L'apparition de l'ettringite différée et la cinétique de gonflement sont également affectées par les conditions de conservation qui suivent le traitement thermique au jeune âge. Il s'agit de la température de conservation et de la teneur en eau ambiante.

- **Température de conservation**

La température de stockage a un impact significatif sur le développement de la RSI dans les matériaux cimentaires qui ont subi un traitement thermique au jeune âge. Plusieurs auteurs ont étudié l'impact de ce paramètre sur l'expansion et sont parvenus à deux points de vue différents.

Un groupe a établi que le développement de la RSI est « plus favorisé » en stockant les échantillons dans une eau à 20-23°C que dans une eau à 38°C [15][76][194]. En fait, Bagdadi [15] a conservé ses éprouvettes échauffées au jeune âge avec une gamme de deux températures de conservation (20°C et 38°C). L'expansion observée sur les échantillons échauffés à 85°C pendant 1 jour est plus importante pour la température de conservation 38°C que de 20°C. Le comportement des éprouvettes change également pour un échauffement au jeune âge de 80°C pendant trois jours. L'éprouvette exposée à une température de 38°C présente alors une expansion de 1,65% moindre que celle de l'éprouvette maintenue à 20°C qui est égale à 2%.

Le deuxième groupe a soutenu l'idée que la conservation dans une eau à 40°C aurait tendance à accélérer le déclenchement de la pathologie sans modifier pas les taux d'expansion finaux [145][200]. Les travaux de Leklou et al. [145] ont ainsi montré que l'expansion des éprouvettes, échauffées à 80°C pendant trois jours et conservées à 40°C, commence après 100 jours de conservation alors que celles à 20°C commencent après 200 jours (voir Figure I.16) ; l'expansion finale atteignant 2% dans les deux cas. En revanche, sur ces mêmes travaux, ils ont également montré que pour une température de cure de 60°C, aucune expansion n'a été observée.

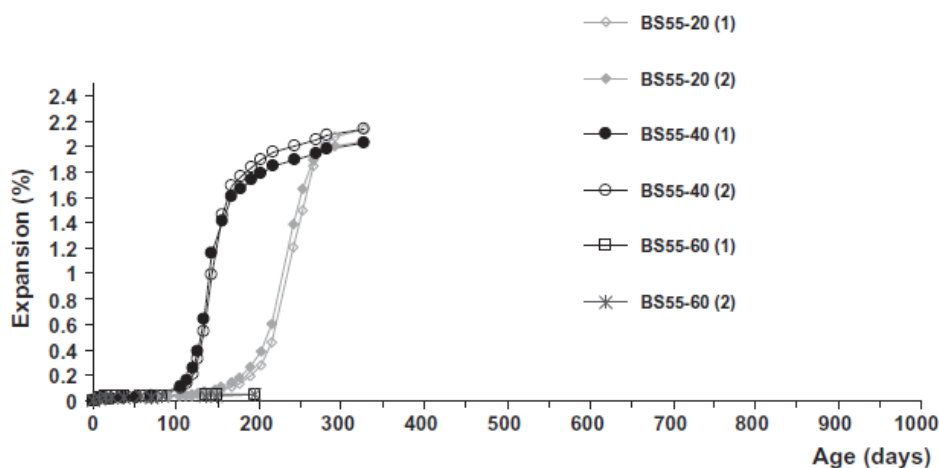


Figure I.16 Expansions longitudinales des mortiers ayant subi une cure humide à différentes températures 20, 40 et 60°C [145].

- **Effet de l'humidité / teneur en eau**

L'eau est considérée comme un paramètre essentiel dans le processus de formation de l'ettringite. L'eau est l'un des réactifs qui alimente la réaction de formation d'ettringite puisqu'il faut 32 moles d'eau pour générer 1 mole d'ettringite. Ensuite, elle permet aux espèces ioniques de se déplacer vers les sites de cristallisation de l'ettringite tout en s'engageant dans la lixiviation alcaline, ce qui affecte l'équilibre thermodynamique de l'ettringite. De plus, l'exposition du béton à toute source d'eau influence la vitesse et l'amplitude de gonflement due à la DEF. Des nombreuses recherches ont investigué la détermination de la teneur en eau où l'humidité relative seuil en dessous de laquelle le gonflement est évité.

Les travaux d'Heinz et Ludwig [108] ont montré qu'aucune expansion n'était observée en-dessous de 90 % HR pour des éprouvettes de béton (cylindre 11x22 cm). Graf [91] a étudié l'effet de l'humidité relative sur le développement de la RSI en conservant des mortiers chauffés à 90°C pendant 10 heures dans des milieux régulés par des solutions salines assurant des taux d'humidité variant de 75% à 100%. Il a constaté que l'exposition à partir de 92% d'humidité relative permet le développement de la pathologie sur des éprouvettes de mortier (expansion de 0,9% à 700 jours et à 92% HR). Par contre, aucune expansion n'est observée dans les mortiers stockés à 90% HR et moins, comme le suggère la Figure I.17. Sur cette figure, on constate aussi un gonflement maximal du même ordre de grandeur entre 90% et 100% HR, mais avec une cinétique différente (temps de latence plus long avec 92% que 100%). Par ailleurs, les échantillons immergés dans l'eau ont développé des expansions (0,3%) moindre que ceux conservés dans un environnement humide avec des humidités supérieures à 92%.

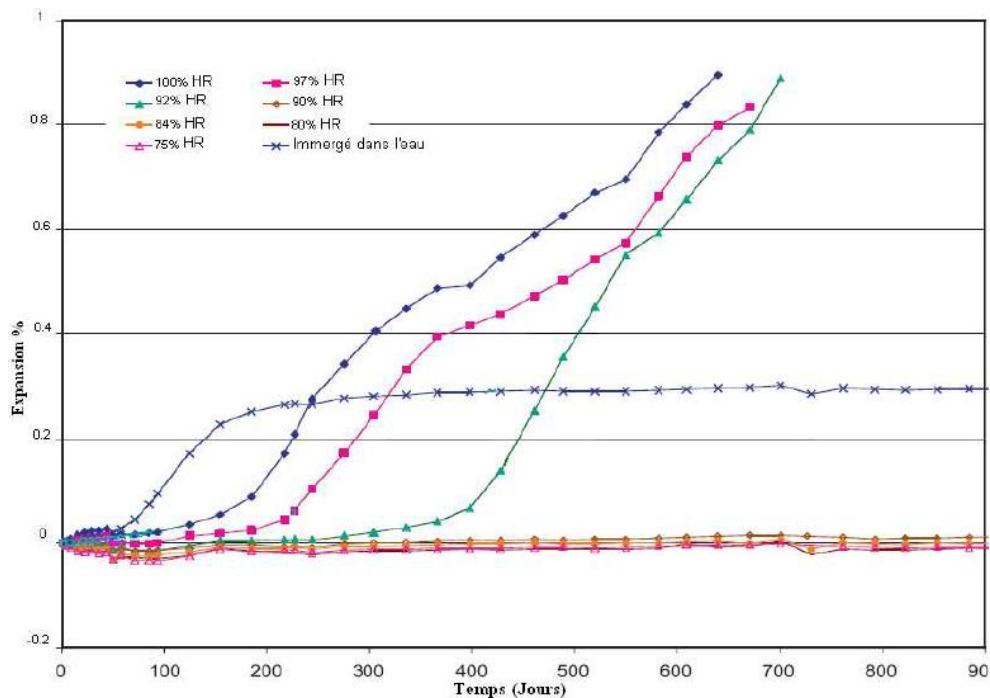


Figure I.17 Variation des expansions RSI selon le degré d'humidité sur des échantillons de mortiers parallélépipédiques (25x25x285 mm<sup>3</sup>) [91].

Les résultats présentés sur des éprouvettes de béton par Al Shamaa et al. [8] ne sont pas en accord avec ceux obtenus sur le mortier par Graf [91]. En effet, une absence de gonflement significatif dans les bétons stockés en dessous de 98% d'humidité relative est identifiée. Ceci est dû à un manque significatif d'approvisionnement en eau externe. L'eau étant un agent essentiel, le potentiel de formation d'ettringite pourrait avoir été épuisé et l'expansion non déclenchée. De plus, le réseau de porosité non saturé ralentit les phénomènes de diffusion et la lixiviation des alcalins considérablement et donc le pH interne du béton élevé. Dans ces conditions, la libération de sulfates adsorbés sur les C-S-H est considérablement ralentie ; les sulfates sont moins mobiles et la vitesse d'expansion est ainsi ralentie. Cette différence dans les résultats pourrait principalement être due à un effet d'échelle : les dimensions des échantillons dans

l'étude de Graf [91] étaient beaucoup plus petites (parallélépipèdes  $25 \times 25 \times 285 \text{ mm}^3$ ) que celles des échantillons d'Al Shamaa (cylindres  $11 \times 22 \text{ cm}$ ). Cela conduit à une lixiviation plus rapide des alcalins, et donc à un gonflement plus rapide et plus important. Cet effet d'échelle a clairement été mis en évidence dans les travaux de Jabbour sur des éprouvettes de béton [123].

D'autre part, dans l'étude d'Al Shamaa et al. [8], les échantillons immergés dans l'eau et stockés à 100% HR ont présenté une expansion très rapide (voir Figure I.18). Pour ceux stockés à 98% HR, l'expansion s'est produite après une longue période (600 jours). En dessous de 98% HR, aucune expansion significative n'a été observée. Cet effet est dû à la combinaison de la disponibilité de l'eau et de la lixiviation des alcalins hors de la solution de pores du béton.

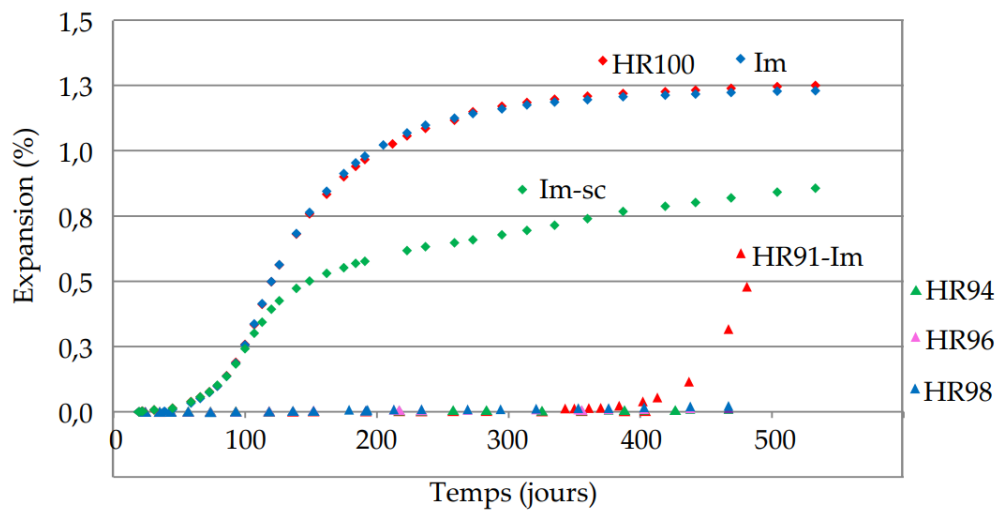


Figure I.18 Expansions d'un béton conservé à différents degrés d'humidité. Im correspond aux éprouvettes immergées définitivement dans l'eau, HR100, HR98, HR96, HR94 sont respectivement conservées à 100%, 98%, 96% et 94% d'HR, HR91-Im pour les éprouvettes conservées à 91% d'HR puis immergées dans l'eau à partir de l'âge de 334 jours. Im-sc sont les éprouvettes immergées dans l'eau puis conservées sous scellement à 100% d'HR à partir de l'âge de 90 jours [8].

#### I.2.2.4 Conclusion sur les facteurs influençant la RSI

Pour conclure sur les facteurs influençant la pathologie RSI, la Table I.4 résume l'effet de chaque paramètre sur l'apparition, sur la cinétique de la RSI et sur l'amplitude de l'expansion.

		Effet sur la RSI
Paramètres matériaux	Rapport E/C, porosité	Une diminution du rapport eau/ciment contribue à une diminution de la porosité et entraîne une augmentation de l'amplitude de gonflement.
	Teneur en alcalins et/ou sulfates	Une élévation de la teneur en alcalins et en sulfates augmente la cinétique de la pathologie et l'expansion maximale atteinte.
	Granulats	<ul style="list-style-type: none"> <li>- L'expansion augmente avec la fraction volumique des granulats.</li> <li>- L'expansion augmente avec la taille des granulats.</li> <li>- L'expansion du béton avec des granulats siliceux est plus importante qu'avec des granulats calcaires.</li> </ul>
Température de cure et la durée de chauffe		Plus la durée de cure est longue, plus les expansions sont importantes à température fixée. À partir d'une certaine durée de cure, le phénomène s'inverse (effet pessimum).
Humidité relative (HR)		L'absence d'eau ou d'une certaine humidité (90%) diminue voire arrête la RSI. Seuil influent : 98-100% HR.
Conditions de conservation	Température de conservation	Une température élevée ( $30^{\circ}\text{C} < T^{\circ}\text{C} < 40^{\circ}\text{C}$ ) accélère la cinétique d'expansion liée à la RSI en conservant la même expansion finale.
	Teneur en eau (HR)	Seuil influent : 98-100% HR.

Table I.4 Synthèse des facteurs influençant la RSI.

### I.2.3 Conséquences de la RSI sur les propriétés de béton

La RSI se caractérise par la formation d'ettringite différée. Ce développement d'ettringite dans des zones confinées est susceptible d'engendrer des pressions locales élevées ainsi qu'un gonflement additionnel avec des fissurations dans la matrice cimentaire, entraînant une perte sévère des caractéristiques mécaniques du béton qui se manifeste à différentes échelles. Dans cette partie, nous détaillons chacune de ces conséquences en considérant différentes échelles d'observation.

#### I.2.3.1 Expansion et fissuration

- **Échelle macroscopique**

La formation différée d'ettringite se caractérise par un gonflement et se manifeste par le développement d'un réseau de fissures multi-directionnelles à cœur observées sur les surfaces des ouvrages. La



déformation augmentant au cours du temps, l'ouverture des fissures peut atteindre quelques dixièmes de millimètre à quelques millimètres, en quelques années. Ces dommages ne sont visibles qu'au bout de plusieurs années et il faut généralement entre 5 et 10 ans. Un exemple de fissures induites par la RSI sur structure massive (pile de pont) est présenté sur la Figure I.19.

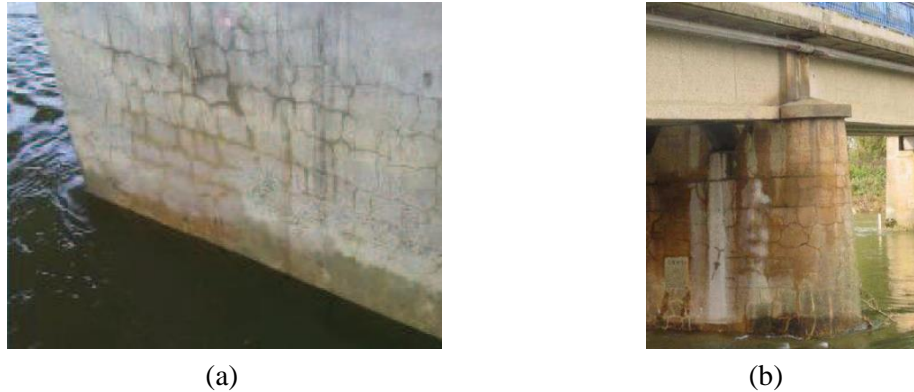


Figure I.19 (a) Pile 6 du pont de Bellevue présentant un réseau de fissures dans la zone de marnage ; (b) Zone de fissuration d'une pile du Chevêtre sur pile Pont d'ondes [89].

Les travaux de thèse de Jabbour [123] sur des blocs en béton de dimensions  $2,4 \times 1 \times 1,4 \text{ m}^3$  atteints de la RSI ont mis en évidence ces désordres qui se manifestent à l'échelle de la structure. La Figure I.20(a) montre l'évolution en forme de sigmoïde des déformations mesurées en différentes positions de la maquette en béton (expansions mesurées entre 0,13% et 0,22%). La Figure I.20(b) montre que les fissures traversent tous les plans avec un endommagement qui affecte la maquette dans toute sa surface.

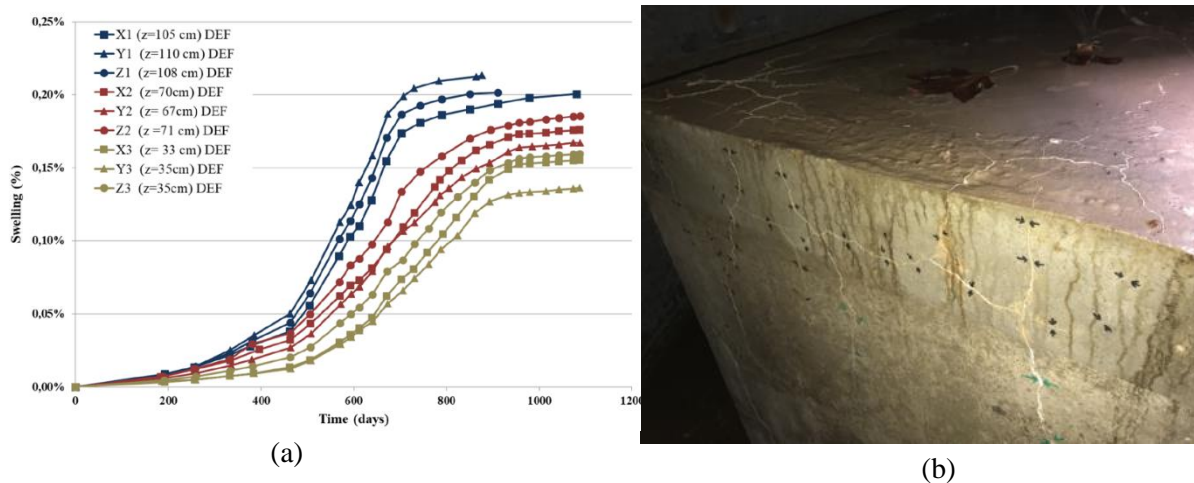


Figure I.20 (a) Évolution des déformations mesurées en différentes positions d'un bloc en béton armé de dimension  $2,4 \times 1 \times 1,4 \text{ m}^3$  (x, y, z) atteint de la RSI ; (b) Visualisation du réseau de fissures de la maquette de béton RSI à 645 jours [123].

À l'échelle légèrement inférieure mais caractéristique d'un VER (Volume Élémentaire Représentatif), le suivi de l'expansion d'éprouvettes cylindriques ( $11 \times 22 \text{ cm}$ ) en fonction de la dégradation et donc de la durée de conservation dans l'eau déminéralisée a fait l'objet de nombreuses études [5][15][41]

[128][134][155][158]. La majorité des auteurs ont observé des courbes d'expansion sur les éprouvettes atteintes de la RSI en forme de sigmoïde. En revanche, des différences sur la période latente, le point d'inflexion et l'amplitude d'expansion ont été observées ; ce qui est expliqué par des formulations de béton et des conditionnements différents. Brunetaud [41] a ainsi identifié trois types de béton :

- Les bétons sans croissance considérable. A 700 jours, cela se traduit par des expansions extrêmement faibles, expansion inférieures à 0,04%. L'analyse au MEB de leur microstructure révèle qu'il n'y a pas de forme d'ettringite au niveau des contacts pâte/granulat.
- Les bétons à gonflement progressif et à propriétés linéaires. Ces bétons gonflent de façon importante, c'est-à-dire plus de 0,04%, mais le taux moyen de gonflement reste modéré.
- Les bétons gonflants lorsque les expansions dépassent 0,4% avec une forme sigmoïde. La courbe de gonflement de ces bétons est principalement définie par l'expansion maximale et la date du point d'inflexion. Dans ce cas, des fissurations surfaciques apparaissent sur les éprouvettes (voir Figure I.21).



Figure I.21 Éprouvettes cylindriques de béton (diam. : 11 cm, long. : 22 cm) : (a) béton sain ; (b) béton atteint de RSI [158].

- **Échelle mésoscopique**

À cette échelle, les échantillons considérés sont à base de mortier. Des nombreux travaux dans la littérature ont étudié cette pathologie avec des éprouvettes parallélépipédiques avec comme dimensions  $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$  [40][71][145]. Par exemple, Bouzabata et al. [40] ont considéré des prismes de mortier atteints de la RSI, avec un rapport E/C du mortier de 0,55 et un rapport sable/ciment de 3. Dans le but d'accélérer le déclenchement de la RSI, 3,1% de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  sont ajoutés à l'eau déminéralisée du mélange. Les auteurs ont montré que l'expansion causée par la formation différée d'ettringite est isotrope. Ainsi, cette expansion, visible sur Figure I.22(a), a une évolution similaire aux VERs mais avec une durée latente plus courte en commençant à augmenter à partir de 80 jours. Dans les travaux d'Escadeillas et al. [72], des bandes d'ettringites différées peuvent être observées en grande partie sur les interfaces de

la pâte et du granulat et dans la pâte. La largeur de l'ettringite est localement significative. Les fissurations dans le sens radial aux granulats apparaissent dans la pâte de ciment à des niveaux élevés d'expansion, comme le montre la Figure I.22(b).

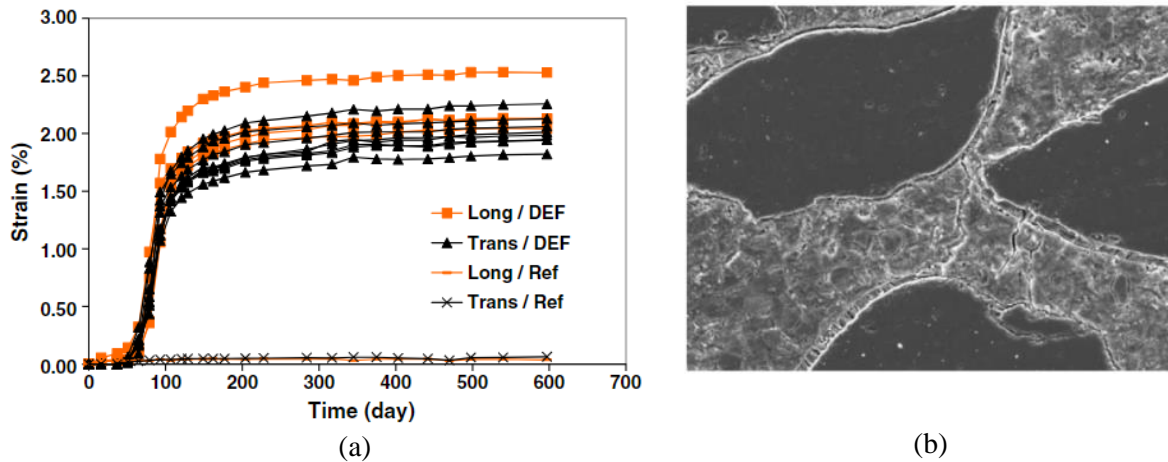


Figure I.22 (a) Expansions longitudinales et transversales des éprouvettes de mortier  $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$  [40] ; (b) SEI (Solid Electrolyte Interphase) sur section polie de mortiers : ettringite retardée à l'interface pâte-granulat (800 jours, agrandissement  $\times 400$ ) [72].

- **Échelle microscopique**

À cette échelle, les expansions sont difficiles à mesurer directement [129]. La formation différée d'ettringite est diagnostiquée d'une manière différente. Selon les observations au Microscope Électronique à Balayage (MEB) effectuées par [147][155], la RSI se traduit essentiellement par deux types de formation de l'ettringite qualifiée à cette échelle :

- d'ettringite mal cristallisée. Elle précipite sous forme massive dans de petites cavités causées par la réaction des grains de ciment au cours des premières phases d'hydratation (voir Figure I.23(a)).
- d'ettringite secondaire formée tardivement. Elle apparaît soit sous forme de veines résultant de la recristallisation dans les fissures, soit sous forme de dépôts remplissant plus ou moins l'ITZ entourant les granulats en raison de l'expansion uniforme de la pâte de ciment (voir Figure I.23(b)). La recristallisation de l'ettringite au niveau des fissures se fait par un aspect très distinct où les cristaux apparaissent organisés parallèlement les uns aux autres, dans le sens perpendiculaire aux lèvres des fissures.

Néanmoins, de nombreux désaccords persistent sur l'implication de l'ettringite observée aux interfaces pâte-granulat dans les processus d'expansion.

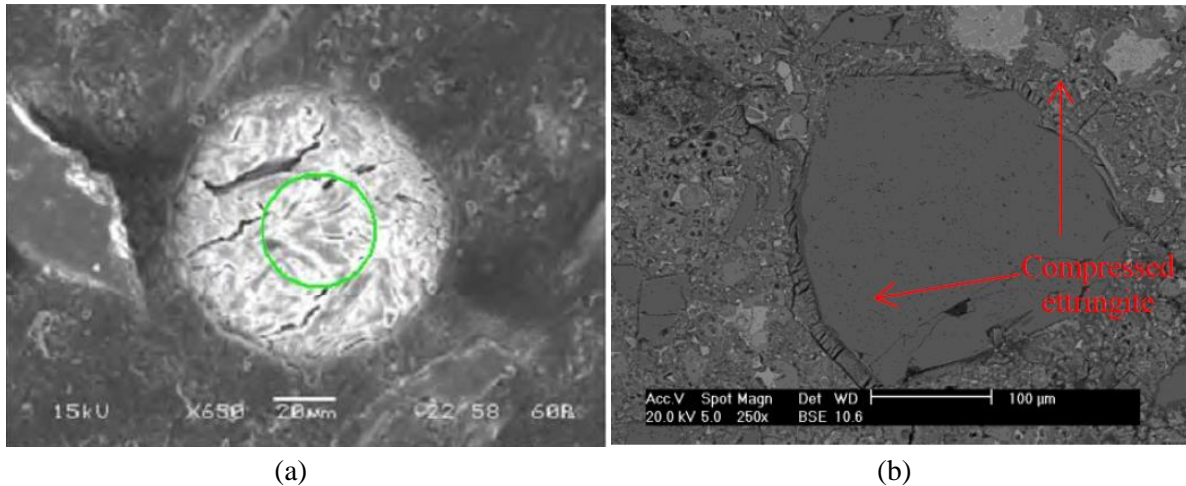


Figure I.23 (a) Pore rempli d'ettringite expansive, MEB, section polie, LV, LSEI, x650 (Division Transfert LMDC, 2009) ; (b) Veine d'ettringite comprimée à l'interface granulat et pâte de ciment [155].

### I.2.3.2 Perte des propriétés mécaniques

Comme dit précédemment, l'une des conséquences de la RSI est la fissuration des matériaux cimentaires. L'apparition de fissures est un signe certain de la dégradation des propriétés mécaniques du matériau. Cependant, plusieurs auteurs ont cherché à établir une corrélation entre l'expansion ou le taux de dégradation et les propriétés mécaniques (module d'élasticité, résistance à la compression).

Pavoine [194] a mis en évidence une diminution de 75% de la résistance du béton à la compression entre 28 jours et après une expansion de 1,6%. En raison du caractère non destructif de ces essais, la dégradation des éprouvettes pathologiques est le plus souvent examinée par l'évolution de leur module d'élasticité dynamique [42][195][267]. Les événements d'expansion de plus de 0,1 % sont couramment liés à une chute progressive du module dynamique (voir Figure I.24).

Les études de Bouzabata et al. [40] et Giannini et al. [86] ont montré le lien entre l'expansion et le module d'élasticité. Comme on peut le voir sur la Figure I.25, lorsque l'expansion augmente, la résistance des éprouvettes cylindriques de béton (10x20 cm) diminue à cause de la fissuration induite par l'expansion. Giannini et al. [86] ont montré aussi que le mélange, qui possède une expansion plus importante (mélange 1), présente une baisse du module d'élasticité plus grande. Les modules d'élasticité des échantillons diminuent jusqu'à 75% pour le mélange 1 et 59% pour le mélange 2, par rapport aux valeurs de référence (expansion nulle). Ces résultats sont présentés dans la Figure I.25(a).

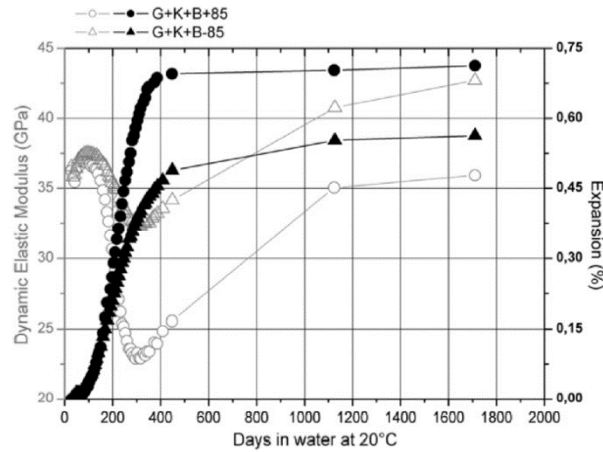


Figure I.24 Évolutions du module dynamique de bétons atteints de RSI présentant des cinétiques d'expansion différentes [195].

La résistance à la compression a été mesurée par Bouzabata et al. [40] sur des éprouvettes cubiques de mortier ( $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$ ) à des échéances choisies en fonction des expansions mesurées sur les éprouvettes. La Figure I.25(b) présente les mesures des résistances à la compression. La diminution maximale d'environ 40% a été atteinte pour une expansion d'environ 0,7%. Pour les expansions supérieures à 0,7%, la réduction de la résistance à la compression semble stable.

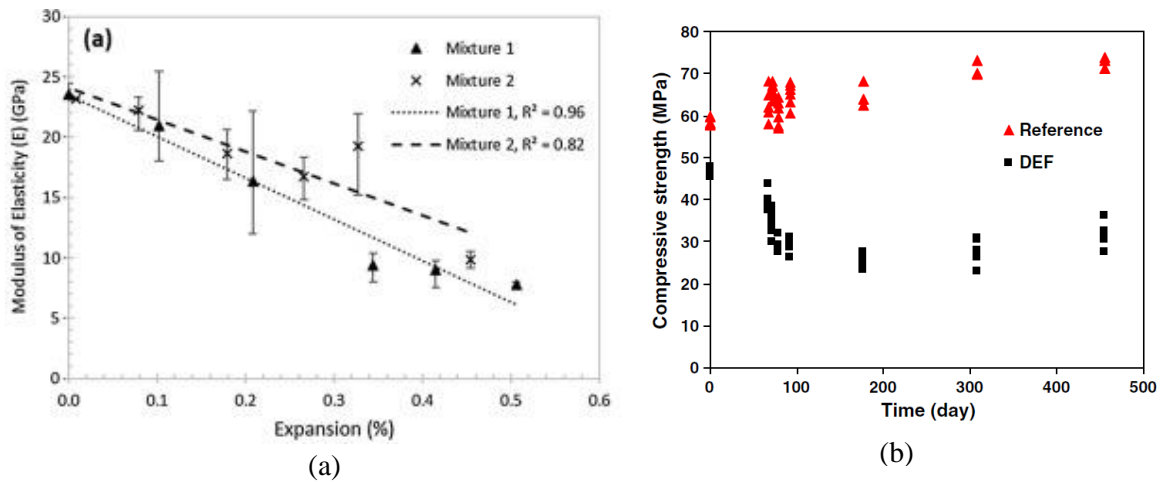


Figure I.25 (a) Évolution du module d'élasticité en fonction du gonflement des éprouvettes cylindriques de béton 10x20 cm [86] ; (b) Résistances en compression en fonction de l'expansion des éprouvettes cubiques de mortier  $4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$  [40].

Effectuée par Jebli et al. [129], la caractérisation en compression des éprouvettes cylindriques de béton ( $11 \times 22 \text{ cm}$ ) a montré la même tendance, à savoir une baisse progressive de la résistance. Cette baisse est de l'ordre de 30% après 400 jours de conservation (voir Figure I.26(a)). Elle correspond à une expansion maximale de 1,8% attribuable à la DEF.

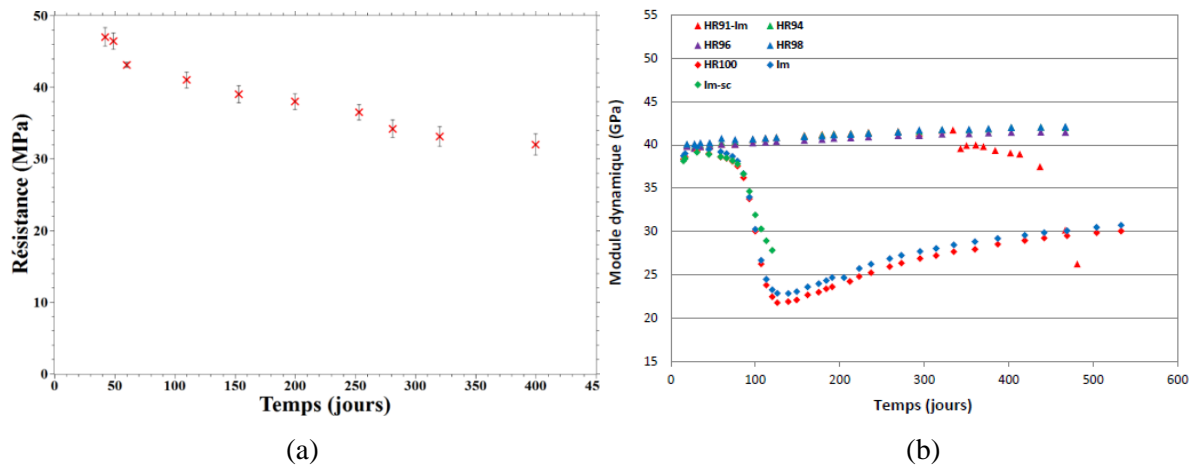


Figure I.26 (a) Résistances en compression en fonction du temps de conservation des éprouvettes cylindriques de béton 11x22 cm [129] ; (b) Évolutions des modules dynamiques du béton en fonction du taux de l'humidité relative (HR), Im pour immergé dans l'eau et Im-sc pour immergé dans l'eau puis conservé sous scellement à 100% HR [5].

Al Shamaa [5] et Yammine et al. [263] ont montré une augmentation progressive de la résistance lors du ralentissement de l'expansion, qui est expliquée, selon eux, par la formation de l'ettringite qui aurait un effet cicatrisant sur les fissures (voir Figure I.26 et Figure I.27). En effet, le module commence à chuter lorsque l'expansion s'accélère et subit une nouvelle augmentation lorsque l'expansion ralentit [5][263].

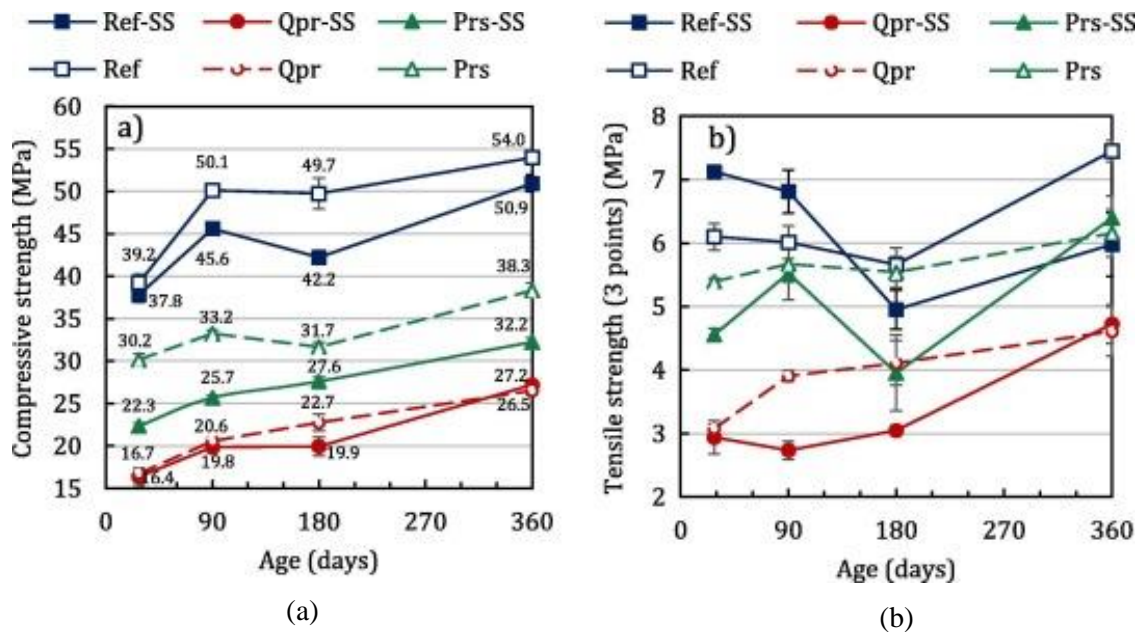


Figure I.27 Évolution de la résistance (a) en compression et (b) en traction du mortier en fonction de temps (Ref, Qpr et Prs désignent le type du sable, SS l'ajout de sulfate de sodium) [263].

Malgré le fait que plusieurs théories aient été proposées, les résultats des études expérimentales sur l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires affectés par la RSI restent difficilement exploitables en raison des différences des protocoles d'essais (formulations béton/mortier, tailles et formes d'éprouvettes, cycle hydrothermique au jeune âge, condition de conservation) et, surtout, des interactions entre phénomènes.

## I.3 Conclusion et motivations de la thèse

### I.3.1 Conclusion

Dans la première partie de ce chapitre, une synthèse bibliographique de l'état actuel des connaissances est effectuée sur les composants du béton, et plus précisément, sur l'interphase entourant les granulats, sa microstructure, sa porosité et l'impact du type de granulats et des ajouts minéraux sur sa microstructure. Les processus de formation des zones d'interphase ont fait l'objet de recherches approfondies dans la communauté scientifique. Elles combinent des caractéristiques physiques (effet de paroi, effet de micro-saignement, croissance unilatérale) et chimiques (transport d'hydrates). Dans la littérature, cette zone est très poreuse et son épaisseur est déterminée par divers facteurs, notamment la composition de ciment, la nature minéralogique des granulats et leur caractéristiques physiques (rugosité, dimension, porosité), etc. L'épaisseur de l'interphase dans un « béton conventionnel » varie de 20 à 100  $\mu\text{m}$ . Les recherches sur la liaison pâte de ciment-granat ont révélé que cette liaison peut influencer de manière significative le comportement mécanique du béton. **La zone d'interphase est donc une zone qu'il convient de décrire afin de mieux comprendre son rôle** dans le but d'améliorer la résistance du béton. Cependant, sa microstructure diffère de celle de la pâte, avec une porosité plus élevée et, par la suite, une zone active pour le transport des espèces chimiques en devenant un site privilégié aux attaques chimiques ; ce qui a pour conséquence d'affaiblir sa résistance mécanique. L'une de ces attaques est une réaction de gonflement interne, la réaction sulfatique interne.

Dans la seconde partie, une étude bibliographique a été réalisée sur la pathologie RSI. Élaborées au cours de ces vingt dernières années, les principales connaissances sur la formation différée de l'ettringite (AFt) sont rappelées. La formation tardive de l'ettringite à la suite de la réaction sulfatique interne RSI se déclenche dans les matériaux cimentaires par suite de la dissolution des sulfates lors d'un échauffement du matériau (aux alentours des 65°C). La température déstabilise l'ettringite qui va se précipiter à température ambiante sous forme de DEF dans les espaces vides du matériau, qui sont préférentiellement les pores, les fissures et l'interface pâte-granat.

Reconnus par l'ensemble de la communauté scientifique, plusieurs facteurs sont liés à la formation différée d'ettringite. Ils ont fait l'objet d'une étude approfondie dans ce rapport (cf. Annexe VII.5) en révélant des combinaisons « interconnectées » sur la cinétique de la pathologie, sur la formation plus ou moins rapide de la DEF et sur un gonflement maximal plus ou moins important. Ces familles de facteurs sont au nombre de trois (voir Table I.4) :

- l'histoire thermique au jeune âge,
- la composition du béton (ciment/mortier, nature/taille des granulats, rapport E/C, ajouts minéraux),
- les conditions de conservation (température et humidité).

Les conséquences de la RSI sur les propriétés du béton sont nombreuses : la formation d'ettringite différée provoque des pressions internes, causant par la suite des expansions pouvant à termes endommager le matériau et conduire à une fissuration plus ou moins dense du matériau, provoquant ainsi la dégradation des propriétés mécaniques et la perte d'étanchéité.

Il est important de souligner que toutes les recherches présentées dans ce chapitre mettent en évidence des observations obtenues principalement aux grandes échelles (échelles de la structure, macroscopique et mésoscopique). Ainsi, la majorité de ces recherches cible l'effet de l'ITZ sur le comportement mécanique et la durabilité du béton.

Les observations microscopiques effectuées sur des matériaux atteints par la RSI présentent toutefois de nombreuses similitudes : de l'ettringite est anormalement présente en grande quantité avec un faciès d'aiguilles massives et un caractère expansif. Elle est souvent localisée aux interfaces pâte-granulats et dans les pores. Pourtant, **l'influence de l'interphase sur le comportement mécanique du béton pathologique n'a reçu que peu d'attention de la communauté scientifique au cours de la dernière décennie.**

### **I.3.2 Motivations de la thèse**

On utilise ici une approche mécaniste pour comprendre les mécanismes élémentaires entrant en jeu à l'échelle locale du matériau « sain » (interface, matrice cimentaire) puis du matériau dégradé par la RSI. Cette approche permet d'étudier les interactions entre les différents composants d'un système, de mesurer les propriétés physiques et chimiques des matériaux impliqués, et d'utiliser des modèles numériques pour décrire et prédire le comportement du système. Dans notre cas, ici, il s'agit de prédire la fissuration du béton, matériau hétérogène.

Comme déjà évoqué en introduction générale, les objectifs de cette thèse reposent sur la compréhension expérimentale des mécanismes et des conséquences de la RSI à l'échelle locale afin de mettre en place un outil numérique de prédiction du comportement mécanique du béton sain puis pathogène. Cet outil numérique repose sur l'utilisation conjuguée des modèles de zones cohésives et des éléments finis ; il sera introduit dans le chapitre suivant. Une fois cet outil mis en place, une démarche multi-échelles, allant de l'échelle millimétrique de l'interface pâte de ciment-granulat (échelle dite locale) à l'échelle centimétrique d'une éprouvette cylindrique en béton (échelle dite mésoscopique) sera appliquée afin de prédire le comportement mécanique du béton sain puis atteint de la RSI.



À partir de 2012, le laboratoire commun (MIST) s'est intéressé à l'étude des mécanismes de vieillissement des bétons « par changement d'échelles » à partir d'observations à l'échelle locale. Plusieurs travaux de thèses et de post-doctorats ont contribué au développement soit d'outils numériques, soit de protocoles expérimentaux pour favoriser la caractérisation du comportement multi-physique du béton (sain ou pathologique) à l'échelle de l'interface et à l'échelle mésoscopique [35][60][68][88][148][211][229]. En se basant sur ces avancées des modèles numériques et des approches expérimentales mises à disposition au LMGC, **l'enjeu de cette thèse est d'établir un lien direct entre expérimentations et simulations numériques dans un contexte multi-échelles de la fissuration des bétons sains puis atteints de la RSI.**

# **II. Chapitre 2 : mécanisme de fissurations du béton : aspects numériques**

## II.1 Introduction

Dans ce chapitre, quelques considérations sur la phénoménologie de la fissuration du béton sont abordées. Des approches numériques de modélisation de la propagation des fissures dans les matériaux cimentaires sont également présentées. Chacune d'entre elles est confrontée à ses problèmes et limitations.

Dans une deuxième partie, l'approche cohésive volumique est présentée en lien avec la mécanique de la rupture, avec ses avantages et ses limitations. La loi cohésive utilisée permet de prendre en compte des modes de chargement complexes (modes mixtes).

## II.2 Phénoménologie de fissuration dans le béton

En mécanique de la rupture, les matériaux cimentaires sont considérés comme quasi-fragiles présentant à proximité du point de rupture, une réponse non linéaire qui se poursuit, après le point de rupture, par un adoucissement de la déformation (Figure II.1(b)).

Une microfissuration qui précède la propagation de macrofissures est associée à ces matériaux quasi-fragiles au travers d'une Zone de Processus de Fracture (ou Fracture Process Zone FPZ).

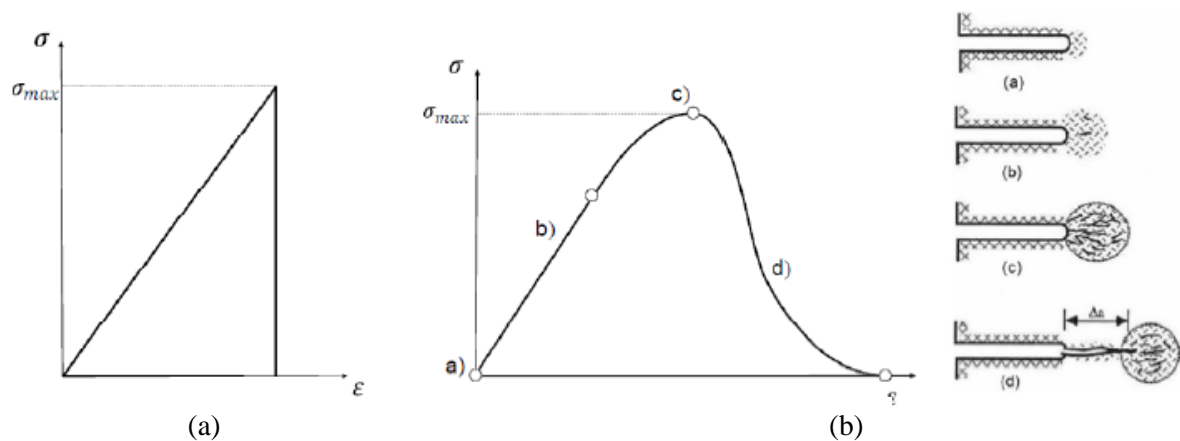


Figure II.1 Courbes contrainte-déformation des matériaux : (a) fragile et (b) quasi fragile [71].

Le mécanisme de fissuration dans le béton est complexe à prédire à cause, d'une part, de l'hétérogénéité du matériau et, d'autre part, de la superposition des modes de propagation de fissure (mode I ouverture, mode II glissement plan, mode III glissement anti plan). Le béton est considéré comme un matériau quasi-fragile à forte hétérogénéité dont les microstructures complexes s'étendent sur plusieurs échelles (voir Figure II.2).

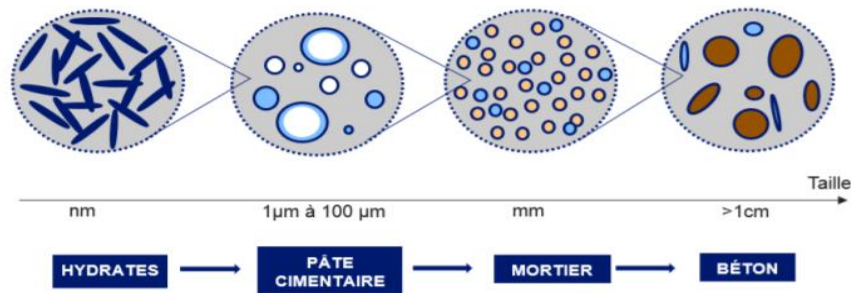


Figure II.2 Représentation de l'hétérogénéité dans le béton à différentes échelles [95].

Il est établi que l'ajout des granulats (sable et gravier) à la pâte de ciment hydratée a un impact primordial sur le comportement mécanique et sur la rupture du béton [185].

Chacune des phases composant le béton a un comportement mécanique différent. Des résultats expérimentaux [228][239] révèlent que les zones privilégiées pour la propagation de fissures sont, en premier, les interfaces entre les granulats et la matrice cimentaire et, en second, la pâte de ciment ou le mortier (voir Figure II.3).

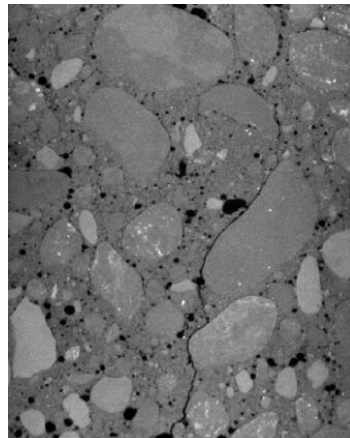


Figure II.3 Scan 2D pris par tomographie d'une poutre de béton après un essai de flexion trois points [228].

L'observation directe de la fissure est difficile en raison de la petite échelle à laquelle les événements micro-structuraux interagissent avec le processus de fissuration. Différentes techniques ont été utilisées pour étudier expérimentalement ce mécanisme dans le béton à l'échelle du laboratoire, comme la microscopie électronique à balayage (MEB) [100][178], la photographie à grande vitesse [31], l'interférométrie laser [124], l'émission acoustique [49], les essais in-situ dans les tomographes aux rayons X [239] et la technique de corrélation d'images numériques (CIN) [9][239]. Cependant, l'hétérogénéité des échantillons testés soulève une question liée à la variabilité des réponses mécaniques et des mécanismes de fissuration [50].

La difficulté, la répétabilité et le coût élevé des expériences conventionnelles en laboratoire pour éviter toute source de variabilité suggèrent l'utilisation conjointe de la modélisation numérique pour une bonne compréhension des mécanismes de fissuration s'il sont basés sur des modèles réalistes. Ainsi, les modèles récents de fissuration fiables et robustes motivent le développement d'une approche de modélisation multi-échelle pour étudier la relation entre la fissuration à grande échelle et la variation de la microstructure. Dans ce contexte, de nombreux modèles ont été développés pour décrire les mécanismes de fissuration dans le béton.

Les approches basées sur la théorie conventionnelle de Griffith [93] ont été efficaces pour développer des critères de croissance des fissures dans des configurations simples et ont montré leurs capacités prédictives pour s'affranchir des essais expérimentaux aux résultats trop variables. Cependant, la limite de ces méthodes est de ne pas pouvoir décrire de manière adéquate l'initiation des fissures et/ou les mécanismes de propagation plus complexes, tels que la bifurcation et la ramification [93].

Les **Méthodes de remaillage de front de fissure** proposent une description précise des fissures et un suivi direct du front de fissure à l'aide de la théorie classique de la rupture fragile mais nécessitent des algorithmes de remaillage [120], difficilement réalisables pour des morphologies 3D complexes ou des fronts de fissures multiples.

Les **Méthode des Éléments Finis étendus (eXtended Finite Element Method XFEM)** nécessite une discrétisation aux éléments finis en enrichissant le champ de déplacement par des degrés de liberté nodaux supplémentaires, qui portent des fonctions discontinues locales, capables de décrire les fissures à l'intérieur des éléments. Cet enrichissement pose des difficultés pour la nucléation et la ramification des fissures, et s'avère volumineux pour les fronts de fissures multiples [166].

La **Méthode de Thick Level-Set (TLS)** s'appuie sur une fonction de niveau utilisée pour séparer la zone non endommagée de la zone endommagée, et où la fissure est une conséquence du mouvement du front d'endommagement, permettant l'initiation de la fissure [167]. Les méthodes de mise en œuvre numérique associée peuvent s'avérer très techniques.

La **Méthode de champs de phase (Phase Fields Method PFM)** est introduite dans les travaux de Francfort et Marigo [81]. Les difficultés rencontrées dans le cadre classique de la rupture peuvent être surmontées par un cadre de minimisation de l'énergie basée sur la méthode variationnelle pour la rupture fragile. Un ingrédient important de la méthode repose sur une description régularisée des discontinuités liées au front de la fissure. La topologie de la surface de fissure nette est régularisée par une variable auxiliaire scalaire. Cette dernière peut être considérée comme un champ de phase qui interpole entre l'état intact et l'état brisé du matériau.

**L'approche par Modèles de zones cohésives** permet de présenter la fissuration discontinue dans les matériaux quasi-fragiles. La rupture est caractérisée à l'aide d'un modèle surfacique qui approxime le

comportement physique de la zone de processus de fracture. Ce concept a été introduit par Barenblatt [19] et Dugdale [66] pour traiter la singularité de la contrainte à la pointe d'une fissure. Dans ces modèles, toutes les non-linéarités ont lieu dans une zone cohésive en amont de la pointe de la fissure principale, qui est associée à la zone de processus de fissure ou FPZ du matériau. Ces approches opèrent à toutes les échelles, en milieux hétérogènes, mais présentent des difficultés de mise en œuvre (dépendance au maillage, instabilité, ...) qui ont fait l'objet de développements dans le laboratoire de réalisation de cette thèse.

Chacune de ces méthodes a été appliquée sur des modèles de béton, soit en considérant le béton comme homogène (échelle macroscopique), soit comme un matériau hétérogène biphasique ou triphasique (échelle mésoscopique) avec prise en compte des propriétés mécaniques de l'ITZ [157][239]. En conséquence, pour caractériser numériquement et expérimentalement la fissuration du béton, il faut choisir une échelle d'étude et une approche numérique adaptée à cette échelle.

L'un des axes de travail de cette thèse est dédié à la modélisation de la propagation de fissure en mode mixte dans les matériaux cimentaires, à l'échelle locale permettant d'appréhender le comportement mécanique de l'interface pâte de ciment-granulat. Pour cela, des essais de flexion trois points sur des échantillons de pâte de ciment pure et de composites pâte de ciment-granulat, de dimensions centimétriques ( $1 \times 1 \times 3 \text{ cm}^3$ ), seront réalisés expérimentalement en laboratoire et simulés numériquement sous conditions de chargements variables. Ces essais expérimentaux et numériques permettent de solliciter directement l'interface pâte de ciment-granulat afin d'en identifier le comportement mécanique. La partie expérimentale de cette approche sera présentée au chapitre III.

Les équations de la loi cohésive retenue ainsi que les paramètres de ce modèle sont décrites dans la section suivante (§. II.3.2) après avoir détaillé le principe des CZM.

## II.3 Modèles de zones cohésives

### II.3.1 Principe

Établi par [19][66], le concept des modèles de zones cohésives (CZM) analyse la séparation de surface dans la FPZ (ou fracture process zone) près de la pointe de la fissure (voir Figure II.4). Par modèles cohésifs, on sous-entend que la " process zone " peut être caractérisée comme une interface imparfaite sur laquelle on peut voir des discontinuités de champ de déplacement tout en transférant des forces. Dans la littérature, plusieurs auteurs [168][177][196] ont défini des lois qui gouvernent une zone cohésive. Il s'agit de lois d'interaction, qui relient les vecteurs contraintes cohésives  $\vec{\sigma}$  au saut de déplacement  $[[\vec{u}]]$ . Lorsque les surfaces des lèvres de fissures se séparent d'un saut de déplacement  $[[\vec{u}_c]]$ , une rupture locale est atteinte. L'aire sous la courbe traction-séparation correspond à l'énergie nécessaire à la séparation des surfaces, notée  $w_N$ .

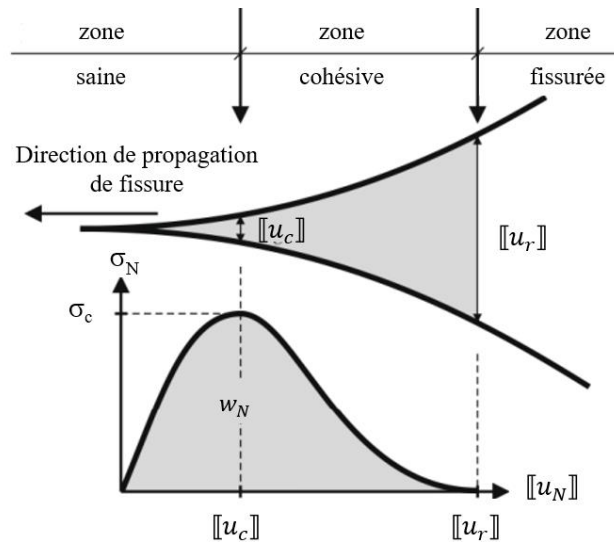


Figure II.4 Principe d'une zone cohésive.

Cette loi peut avoir diverses formes selon le type de matériaux et les modes de propagation de fissures. Les premières lois cohésives de Barenblatt [19] et Dugdale [66] décrivent l'évolution des contraintes cohésives de traction  $\sigma_N$  (mode Normal) en fonction du saut de déplacement normal ( $[[u_N]]$ ). Certains ont ensuite enrichi leur modèle cohésif avec la prise en compte de la partie tangentielle [177]. Dans un premier scénario, les auteurs ont défini deux lois cohésives indépendantes, une qui décrit le comportement en traction au niveau des lèvres de fissures et l'autre le cisaillement [177][248]. Dans l'autre cas, les lois cohésives gouvernant l'ouverture et le glissement sont couplées. Par conséquent, la contrainte de rupture en traction, la contrainte de rupture en cisaillement, l'ouverture et le glissement du point de rupture sont tous dépendants [44][221].

Dans le cadre de ces travaux de thèse, **la loi cohésive identifiée prend en compte indépendamment les deux modes de comportement de fissuration**. Celle-ci est détaillée dans le § II.3.2.2.

### II.3.2 L'approche par Éléments Finis Cohésifs-Volumiques (EFCV)

L'approche Éléments Finis Cohésifs-Volumiques EFCV [168][196] est ici utilisée comme stratégie de modélisation numérique. Cette approche consiste à diviser un maillage éléments finis en un système multi-corps, où les interfaces de deux mailles adjacentes interagissent entre elles suivant une loi surfacique d'endommagement de type loi cohésive. Les Figure II.5(a) et (b) illustrent cette approche avec l'ensemble des paramètres cohésifs utilisés où  $\vec{n}$  est la normale à la zone cohésive et  $\vec{t}$  l'un des vecteurs sur le plan tangent.

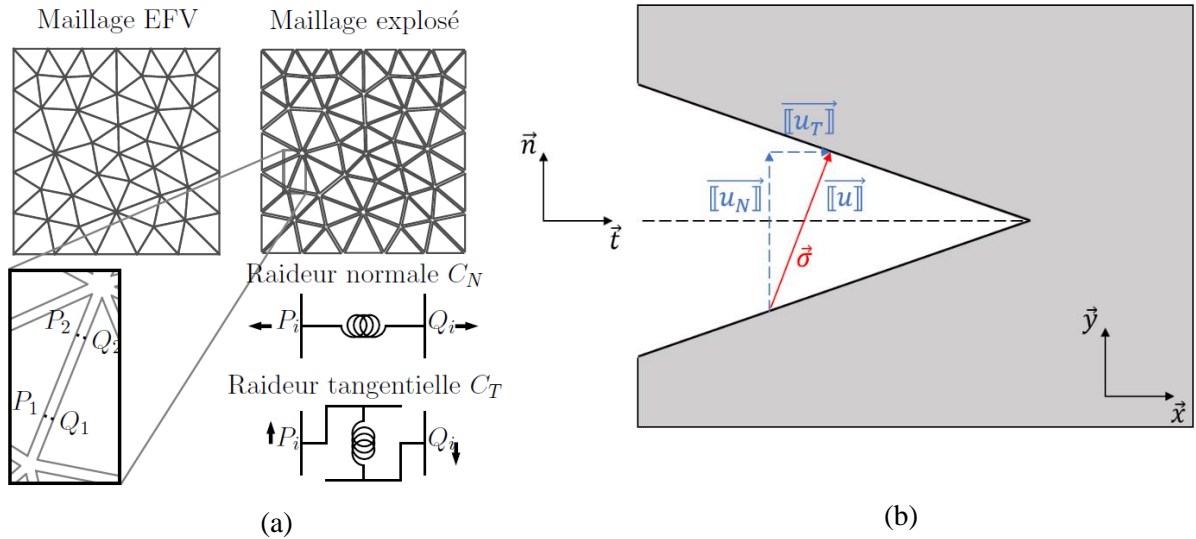


Figure II.5 (a) Illustration schématique du principe de l'approche aux Éléments Finis Volumiques-Cohésifs [148] ; (b) Définition des paramètres des lois cohésifs dans un repère local « normal/tangent » en pointe de fissure [148].

Le modèle cohésif utilisé correspond à la conjonction de deux ressorts endommageables qui représentent indépendamment le comportement de la fissure en mode normal et tangentiel (Figure II.5). Dans cette zone, on définit un vecteur de contrainte cohésif  $\vec{\sigma} = \sigma_N \cdot \vec{n}$  (où  $\sigma$  est le tenseur des contraintes de Cauchy) qui est lié par un modèle de comportement surfacique ou cohésif au saut de déplacement  $\overline{[u]}$ , via un tenseur d'élasticité endommageable  $K(\beta)$ .  $K(\beta)$  est un tenseur de deuxième ordre qui représente l'état d'endommagement surfacique lors d'une fissuration, et  $\beta$  est un facteur d'intensité d'endommagement qui prend les valeurs suivantes :

- si  $\beta = 1$  alors l'interface est parfaite ;
- si  $0 < \beta < 1$  alors l'interface est partiellement endommagée ;
- si  $\beta = 0$  alors l'interface est totalement rompue.

Les vecteurs  $\vec{\sigma}$  et  $\overline{[u]}$  sont décomposés dans le repère local  $(\vec{n}, \vec{t})$  en partie normale (indice N) et tangente (indice T).

$$\vec{\sigma} = \sigma_N \vec{n} + \sigma_T \vec{t} \quad (\text{II.1})$$

$$\overline{[u]} = [u_N] \vec{n} + [u_T] \vec{t} \quad (\text{II.2})$$

Les composantes normales et tangentielles de ces deux vecteurs sont liées entre elles par des raideurs cohésives normale et tangente, notées respectivement  $C_N$  et  $C_T$ . Ces relations définissent les lois cohésives qui sont schématisées dans la Figure II.6.



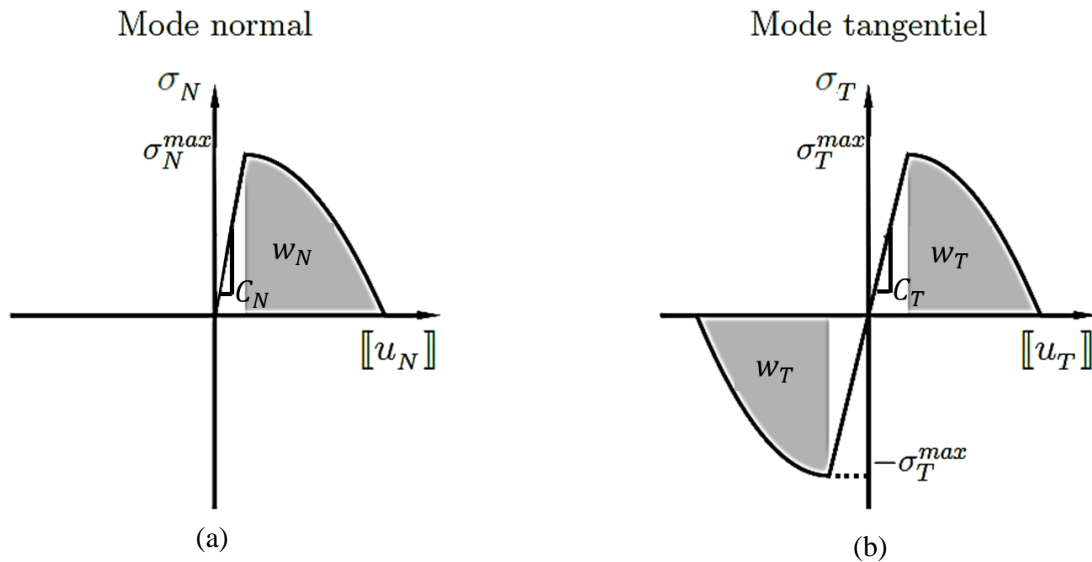


Figure II.6 Description schématique d'une loi cohésive et définition des paramètres cohésifs : (a) normaux ( $C_N, \sigma_N^{max}, w_N$ ) ; (b) tangentiels ( $C_T, \sigma_T^{max}, w_T$ ) [148].

Les contraintes cohésives maximales des lois cohésives  $\sigma_N^{max}$  et  $\sigma_T^{max}$  agissent comme un seuil pour le début de l'endommagement. Les énergies cohésives ( $w_N ; w_T$ ) correspondent aux énergies par unité de surface consommées par la fissure lors de la propagation.

En se basant sur cette approche, la loi cohésive retenue pour la modélisation de propagation de fissure dans les matériaux cimentaires est détaillée dans la partie II.3.2.2. Avant ça, la plateforme numérique XPER [199] utilisée pour la simulation est brièvement décrite.

### II.3.2.1 Plateforme XPER

Les simulations numériques sont réalisées via la plateforme numérique XPER (eXtended cohesive zone models and PERiodic homogenization) [196][199]. C'est un outil principalement dédié à la multifissuration dynamique des milieux hétérogènes. Il s'appuie notamment sur :

- LMGC90 (Logiciel de Mécanique Gérant le Contact) dédié à la résolution des interactions multi-corps via la méthode de dynamique non régulière des contacts (Non-Smooth Contact Dynamics, NSCD) [65] ;
- PELICANS (Plate-forme Evolutive de LIbrairies de Composants pour l'Analyse Numérique et Statistique) développée à l'IRSN est dédié à la résolution d'équations aux dérivées partielles. Cette librairie est utilisée pour résoudre des problèmes multi-physiques et la gestion des éléments finis [202] ;
- MatLib et MFront<sup>1</sup> sont dédiés à la gestion des lois de comportement volumiques des matériaux [232].

<sup>1</sup> [www.tfel.sourceforge.net](http://www.tfel.sourceforge.net)

XPER est parallélisé en mémoire distribuée par une méthode de décomposition de domaines.

### II.3.2.2 Modèle cohésif retenu

Dans le cas de la fissuration des matériaux cimentaires, la loi cohésive retenue est une loi intégrée dans le logiciel LMGC90 [65], proposée par Pérales et al. [198], et utilisée dans les travaux de thèse de Delaume [60], Salah [211], et Socié [229]. Elle permet de prendre en compte le mode normal et le mode tangentiel de propagation de fissure, en définissant une loi cohésive pour chacun des deux modes. La forme de ces deux lois est illustrée sur la Figure II.7.

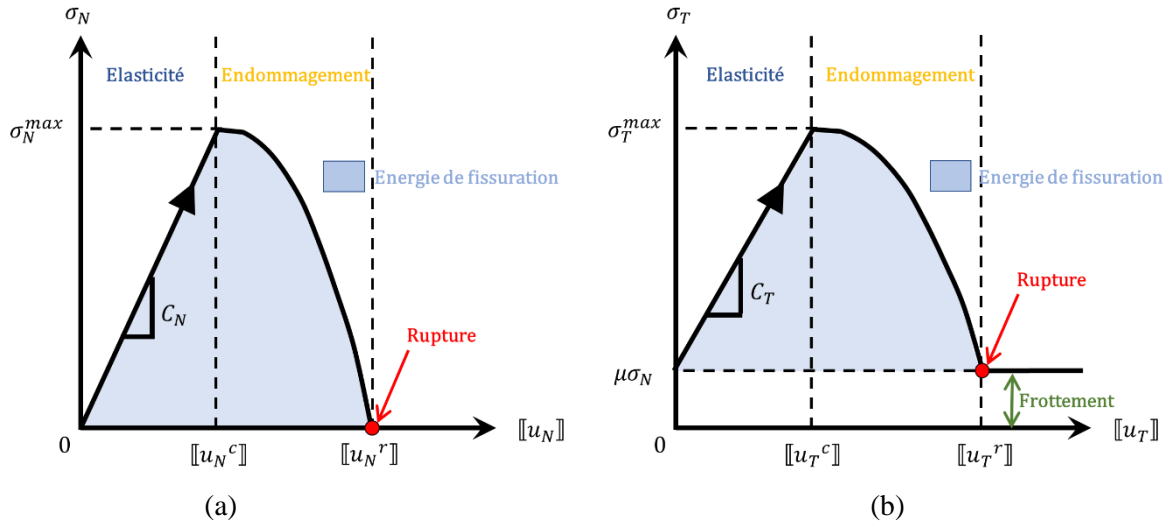


Figure II.7 Forme des lois cohésives utilisées : contrainte cohésive en fonction du saut de déplacement associé : (a) en traction pure, (b) en cisaillement pur [125].

Le vecteur contrainte cohésive  $\vec{\sigma}$  est lié au vecteur saut de déplacement  $[[\vec{u}]]$  par un tenseur d'élasticité endommageable  $\bar{K}(\beta)$  suivant l'équation (II.3) :

$$\vec{\sigma} = \bar{K}(\beta) \cdot [[\vec{u}]] \quad (\text{II.3})$$

$\bar{K}(\beta)$  est un tenseur de deuxième ordre traduisant l'adoucissement progressif du comportement surfacique lors d'une fissuration :

$$\bar{K}(\beta) = \beta \times \left( C_N \vec{n} \otimes \vec{n} + C_T \frac{[[u_T]] \otimes [[u_T]]}{[[u_T]]^2} \right) \quad (\text{II.4})$$

Les paramètres impliqués dans cette formule ont déjà été définis au paragraphe II.3.2. Cette loi prend aussi en compte un frottement résiduel  $\mu$  à travers l'équation suivante :

$$\mu(\beta) = (1 - \beta)^n \cdot \bar{\mu} \quad (\text{II.5})$$

où la valeur maximale  $\bar{\mu}$  est atteinte lorsque l'interface est totalement endommagée,  $n$  est un exposant.

L'irréversibilité du facteur d'endommagement  $\beta$  s'exprime par l'équation (II.6).

$$\beta = \min(g(\llbracket \vec{u} \rrbracket), g(\llbracket \vec{u} \rrbracket_{max})) \quad (\text{II.6})$$

où  $\llbracket \vec{u} \rrbracket_{max}$  est la plus grande valeur précédemment atteinte par le saut de déplacement et  $g$  une fonction décroissante de  $\llbracket \vec{u} \rrbracket$  décrite par la formule (II.7):

$$g(x) = \begin{cases} \beta_0 & \text{si } x \leq \llbracket u^c \rrbracket \\ \beta_0 \frac{\llbracket u^c \rrbracket}{x} \left( 1 - \left( \frac{x - \llbracket u^c \rrbracket}{\llbracket u^c \rrbracket - \llbracket u^c \rrbracket} \right)^2 \right) & \text{si } \llbracket u^c \rrbracket \leq x \leq \llbracket u^r \rrbracket \\ 0 & \text{si } x \geq \llbracket u^r \rrbracket \end{cases} \quad (\text{II.7})$$

$\beta_0$  représente l'endommagement initial. Les distances  $\llbracket u^c \rrbracket$  et  $\llbracket u^r \rrbracket$  définissent respectivement les sauts de déplacement critique et de rupture et sont donnés par les formulations (II.8) et (II.9):

$$\llbracket u^c \rrbracket = \frac{\llbracket \vec{u} \rrbracket}{\sqrt{\left( \frac{\llbracket u_N \rrbracket}{\llbracket u_N^c \rrbracket} \right)^2 + \left( \frac{\llbracket u_T \rrbracket}{\llbracket u_T^c \rrbracket} \right)^2}} \quad (\text{II.8})$$

$$\llbracket u^r \rrbracket = \frac{3}{2} \left( \frac{\sqrt{\left( \frac{\llbracket u_N \rrbracket}{\llbracket u_N^c \rrbracket} \right)^2 + \left( \frac{\llbracket u_T \rrbracket}{\llbracket u_T^c \rrbracket} \right)^2}}{\frac{\sigma_N^{max} \llbracket u_N^c \rrbracket}{w_N} \left( \frac{\llbracket u_N \rrbracket}{\llbracket u_N^c \rrbracket} \right)^2 + \frac{\sigma_T^{max} \llbracket u_T^c \rrbracket}{w_T} \left( \frac{\llbracket u_T \rrbracket}{\llbracket u_T^c \rrbracket} \right)^2} \llbracket \vec{u} \rrbracket + \frac{\llbracket u_N^c \rrbracket}{6} \right) \quad (\text{II.9})$$

Les critères d'initiation et de propagation d'endommagement liées aux contraintes et énergies cohésives de deux modes purs de propagation de fissures :  $\sigma_N^{max}$ ,  $w_N$ ,  $\sigma_T^{max}$  et  $w_T$ .

Les deux paramètres de raideurs interfaciales  $C_N$  et  $C_T$  sont choisis selon les critères suivants :

- la condition  $\llbracket u^c \rrbracket < \llbracket u^r \rrbracket$  ;
- les bornes micromécaniques de Blal [34] qui permettent de limiter la dépendance de la réponse cohésive à la taille caractéristique du maillage.

$$(C_N, C_T) = \begin{cases} \frac{C_N L_m}{E} \geq \gamma \frac{R}{1-R} \left( \frac{1}{3(1-2\nu)} \right) \\ \frac{C_N}{C_T} = \frac{1}{2} \left( \frac{1+3\nu}{1-2\nu} \right) \end{cases} \quad (\text{II.10})$$

Le paramètre  $\gamma$  dépend de la topologie du maillage  $L_m$  [33],  $E$  est le module d'Young et  $\nu$  le coefficient de Poisson des éléments finis du matériau à comportement élastique linéaire isotrope.

## II.4 Conclusion

La loi cohésive présentée dans ce chapitre est retenue pour modéliser la propagation de fissures dans les matériaux cimentaires. Elle a déjà fait ses preuves et a montré une certaine efficacité dans ce domaine [60][148][211][229].

Un des objectifs de ce travail de recherche est de pouvoir calibrer les paramètres physiques cohésifs (normal et tangent) en se basant sur des essais expérimentaux adaptés à chaque mode de rupture. Ces essais, existants ou à mettre en œuvre, sont réalisés à l'échelle centimétrique (locale). Plus précisément,

une campagne expérimentale/numérique est réalisée à cette échelle sur des matériaux cimentaires sains (de référence - sans traitement thermique) puis appliquée sur des matériaux dégradés par la RSI (échantillons ayant subi une cure thermique au jeune âge et une conservation spécifique).

Dans un premier temps, des essais de traction et de cisaillement sont effectués sur des échantillons parallélépipédiques et centimétriques de pâte de ciment pure et de composite (pâte/granulat) afin d'estimer séparément les contraintes de deux modes de rupture (purement normale ou purement tangentielle). Ces estimations doivent alimenter ensuite le modèle numérique de propagation de fissure en mode mixte dans la pâte de ciment et l'interface, en considérant un essai de flexion trois points (centrée puis excentrée). Le dispositif de l'essai de flexion trois points centré est opérationnel (thèse de Lhonneur [148]). Cependant, le banc de flexion actuel n'est pas adapté pour réaliser les deux types d'essais de flexion excentrée avec des échantillons de pâte pure et des composites spécifiques. Ce dispositif sera mis en œuvre au cours de ces travaux de thèse. La description du protocole expérimental réalisé à cette échelle locale est présentée ci-après. Dans ce contexte, la partie II du présent manuscrit est dédiée à **l'étude multi-échelle de la prise en compte de la fissuration du béton sain en mode mixte**. Cela concerne une mise en œuvre expérimentale à l'échelle locale du banc de flexion excentrée et de la réalisation des échantillons, d'une calibration des paramètres du modèle CZM à cette échelle, puis d'une prédiction de la fissuration à l'échelle supérieure en ayant à disposition une base de données expérimentales pour réaliser une confrontation numérique/expérimentale du comportement mécanique et des faciès de rupture du béton sain.

### **III. Chapitre 3 : mise en place du protocole expérimental pour caractériser le comportement à rupture de l'interface**

## III.1 Introduction

Comme indiqué au chapitre I, l'exigence d'une analyse à l'échelle de la liaison pâte/granulat est motivée par la nécessité d'examiner la phénoménologie complexe qui émerge au niveau de l'interface et qui affecte le comportement mécanique du béton. Pour permettre une telle étude, une méthodologie expérimentale est établie pour évaluer les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat ainsi que celles de la pâte de ciment. Plusieurs méthodes expérimentales sont utilisées et adaptées à ce contexte de recherche pour établir cette méthodologie. Il est à noter que ces différentes approches expérimentales sont complémentaires afin de valider ou non les résultats obtenus sur les différents essais.

Ce chapitre est dédié à la **description de la méthodologie expérimentale** mise en œuvre pour réaliser, conditionner et conserver les **échantillons sains à l'échelle locale**. À cette échelle, pour caractériser l'interface entre la pâte de ciment et le granulat, deux types d'éprouvettes sont confectionnés : la pâte de ciment (notée pdc) et le composite pâte de ciment/granulat (noté composite) dont leurs géométries dépendent de l'essai mécanique à réaliser. Certains échantillons sont soumis à des essais de traction et de cisaillement directs pour caractériser les modes de rupture normal et tangent de ces deux matériaux. En parallèle, d'autres échantillons sont testés en flexion trois points avec des conditions aux limites variables pour caractériser le mode de rupture mixte de ces éprouvettes.

Au cours de ces dernières années, des travaux d'identification locale ont été initiés par Jebli [126] et Lhonneur [148] qui ont notamment proposé la forme des échantillons (dimensions et géométrie) ainsi que le protocole expérimental adapté au déclenchement de la RSI à cette petite échelle (cycle hygrothermique au jeune âge, conservation des éprouvettes).

Giborveau [88] et Lhonneur [148] ont élaborés les premiers protocoles des essais vis-à-vis de la forme des échantillons (dimensions et géométries), du sens de coulage (limitation du ressuage), des modalités de conservation (limitation du retrait de la pâte de ciment) et de réalisation des essais mécaniques.

Une première partie explique le choix des différents matériaux (§ III.2) et de la formulation adéquate de la pâte de ciment (§ III.3). Une deuxième partie détaille la confection des deux types d'éprouvettes et le mode opératoire de conservation (§ III.4) avant de réaliser les essais mécaniques. La troisième partie présente la conception des essais expérimentaux pour caractériser le comportement mécanique de l'interface par des essais de traction et de cisaillement directs (§ III.5.1 et III.5.2). Ces deux dispositifs permettent de caractériser le comportement à la rupture en mode I et en mode II des échantillons (pâte de ciment et composite). La dernière partie (§ III.5.3), s'intéresse à la caractérisation de la rupture en mode mixte. Pour cela, des essais de flexion trois points, à chargement symétrique et non symétrique, sont réalisés sur des échantillons de pâte de ciment et sur des éprouvettes contenant une interface ciment/granulat d'orientation variable.

## III.2 Choix des matériaux et des géométries

Dans cette thèse, l'intérêt principal est la caractérisation du comportement mécanique du béton sain puis dégradé par la RSI avec la prise en compte de l'interface entre la pâte de ciment et le granulat. Sur la base d'une étude bibliographique, les matériaux choisis doivent permettre de favoriser l'accélération de l'apparition de la RSI. Il est admis que la température atteinte par le béton au jeune âge est un paramètre décisif de sa réactivité ultérieure. De plus, parmi les paramètres relevés, la nature des granulats et la composition chimique du ciment jouent un rôle déterminant.

Pour identifier le comportement à rupture du béton sain à l'échelle de l'interface pâte de ciment/granulat, plusieurs travaux expérimentaux récents ont déjà été réalisés, selon un protocole expérimental innovant [68][127][128][148][160]. La Table III.1 montre l'évolution de la forme des échantillons combinée aux essais de traction directe, cisaillement direct et flexion trois points. Dans cette thèse, les dimensions des éprouvettes ( $1 \times 1 \times 3 \text{ cm}^3$ ) sont conservées pour la forme parallélépipédique. Une amélioration proposée par Giborveanu [88] sur les échantillons de pâte de ciment est choisie avec la présence d'une double pré-entaille. Ces pré-entailles permettent de mieux localiser l'initiation de la fissure lors des essais de traction et de cisaillement.

Pour les essais de flexion trois points, toujours à l'échelle locale, une autre configuration des éprouvettes est choisie, aussi bien pour la pâte de ciment que le composite. Pour les échantillons de pâte de ciment, la géométrie employée est celle décrite dans les travaux de Lhonneur [148], avec la présence d'une seule pré-entaille au milieu de l'éprouvette. En revanche, pour les échantillons composites, une nouvelle géométrie est proposée dans cette thèse en faisant varier l'orientation de l'interface. Les choix de la géométrie de cet échantillon sont justifiés et développés dans le paragraphe III.5. Les Figure III.1 et Figure III.2 montrent la géométrie des échantillons choisis pour chaque type d'essai.

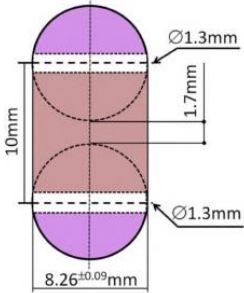

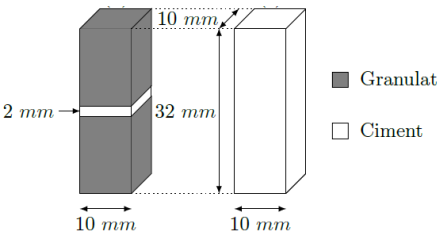

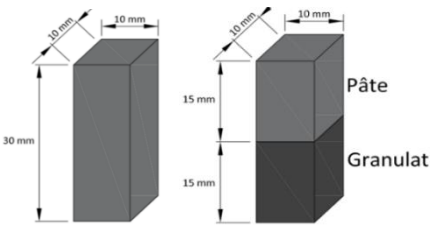
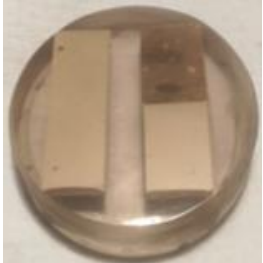
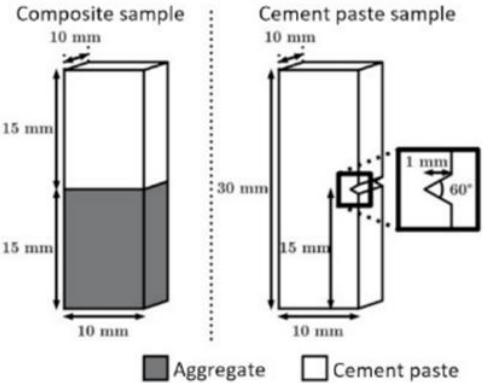

<b>Mielniczuk (essais de traction et cisaillement) [162]</b>	
	
<b>Jebli (essais de traction et cisaillement) [126]</b>	
	
<b>Jebli (essais de traction et cisaillement) [129]</b>	
	
<b>Giborveau et Lhonneur (essais de flexion 3 points) [88][148]</b>	
	

Table III.1 Évolution de la géométrie et des dimensions des échantillons dans le cadre de l'étude du comportement du béton à l'échelle de l'interface.



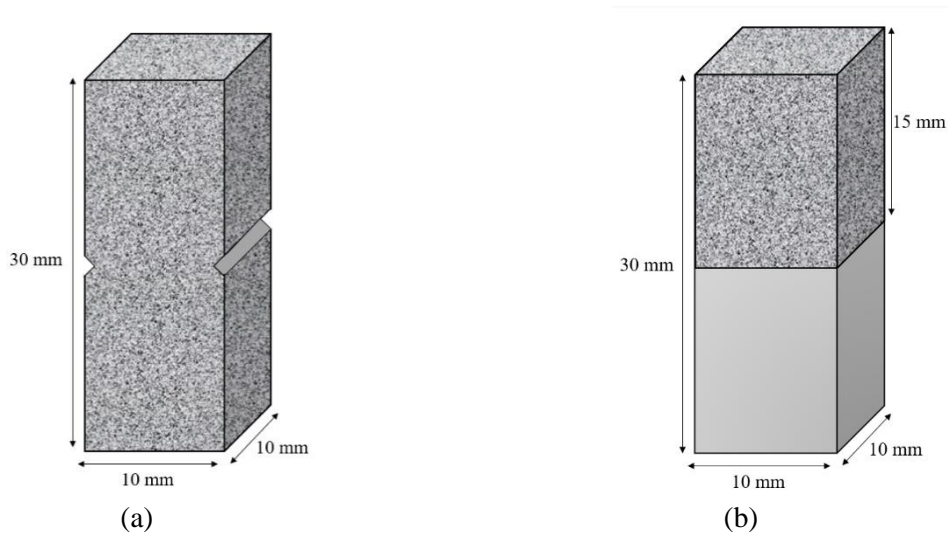


Figure III.1 Description des éprouvettes utilisées pour les essais de traction et de cisaillement directs à l'échelle de l'interface : (a) Géométrie de l'éprouvette de pâte de ciment avec double pré-entaille centrée ; (b) Géométrie de l'éprouvette de composite avec un granulat parallélépipédique (interface droite/perpendiculaire).

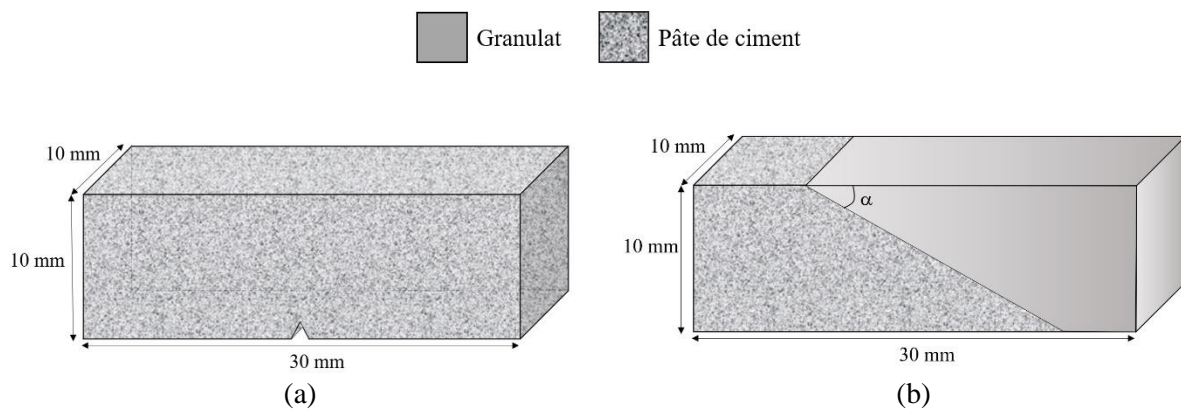


Figure III.2 Description des éprouvettes utilisées pour les essais de flexion trois points à l'échelle de l'interface : (a) Géométrie de l'éprouvette de pâte de ciment pré-entailé ; (b) Géométrie de l'éprouvette de composite avec un granulat de forme prismatique/oblique (interface oblique, angle  $\alpha$ ).

### III.3 Formulations

Cette partie est dédiée à la présentation des différents matériaux utilisés pour la confection des échantillons à l'échelle locale. Le choix des matériaux est identique tout au long de ces travaux de thèse, pour les différents types d'échantillons, aussi bien dans le cas d'un vieillissement normal (matériaux sains) que dans le cas de dégradation à de la pathologie RSI.

#### III.3.1 Ciment

Le ciment utilisé est le CEM I 52,5 R CE CP2 NF (cf. Annexe VII.1.1 pour consulter la fiche technique), classe de résistance à 28 jours 67 MPa, commercialisé par la société Calcia. Il provient de la cimenterie

de Beffes. Ce ciment est riche en alcalins, avec des teneurs en sulfates et en aluminates supposées favorables à l'apparition de la RSI. Sa composition chimique, présentée dans la Table III.2 et la Table III.3 représente un facteur favorable au développement de l'ettringite.

Composants	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Na <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O équivalent
Teneurs (%)	1,07	3,7	2,8	5,4	2	0,12	0,82

Table III.2 Composition chimique du ciment.

Eléments	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S
Teneurs (%)	11	8	66	9

Table III.3 Composition élémentaire minéralogique du Clinker.

Ce ciment est riche en sulfates avec une teneur en trioxyde de soufre SO<sub>3</sub> égale à 3,7%. Cette teneur est plus grande que la valeur limite (3%) nécessaire à l'apparition des expansions dans le béton ; cette valeur limite a été constatée par Kelham [138] et Martin [158]. Pour cette formulation de ciment, le rapport SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est égal à 0,7 correspondant à la valeur limite nécessaire à l'apparition de l'ettringite dans le béton [58].

Parmi les paramètres chimiques essentiels pour le déclenchement de la DEF, il y a la teneur en alcalins Na<sub>2</sub>O<sub>éq</sub>. Par ailleurs, afin d'obtenir des expansions significatives dans un intervalle de temps raisonnable et d'observer leur influence sur la DEF, les teneurs en alcalins (initialement 0,82%) et en sulfates (initialement 3,7%) des éprouvettes confectionnées ont été rehaussées en ajoutant 1,2% de poudre de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à l'eau de gâchage. Cet ajout a été évalué de manière à ce que la teneur totale des alcalins dans le ciment soit égale à 1,5%.

La pâte de ciment est préparée avec un rapport E/C égal à 0,47. L'eau de gâchage utilisée est une eau déminéralisée. Un agitateur magnétique est utilisé pour dissoudre le Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dans l'eau de gâchage.

### III.3.2 Granulats

Compte tenu de l'influence de la nature minéralogique des granulats sur la microstructure de l'interface et du rôle supposé important joué par cette dernière dans les mécanismes réactionnels [170], des granulats siliceux sont utilisés dans cette étude. Ces granulats, essentiellement à base de quartz, sont issus de la carrière d'Oscar Savreux. Ces granulats sont non réactifs vis-à-vis du phénomène d'alcali-réaction selon la norme NF-P18-590.

Pour la préparation des éprouvettes composites, la découpe des granulats siliceux, sous forme parallélépipédique, est effectué suivant le protocole préconisé par Jebli [126] et présenté dans le paragraphe suivant (§ III.4.1).

## III.4 Procédure de fabrication et maturation

### III.4.1 Mode opératoire de préparation des granulats

Ce paragraphe est dédié à la description du mode opératoire de préparation des granulats nécessaires pour la préparation des échantillons composites.

- **Taille des granulats**

Dans ce programme expérimental, deux types de composites, de dimensions  $10 \times 10 \times 30 \text{ mm}^3$ , sont confectionnés :

- Un composite avec un **granulat à une face oblique** d'inclinaison  $\alpha$  dont les dimensions sont  $10 \times 10 \times X \text{ mm}^3$ . La longueur  $X$  dépend de l'angle de l'interface. Sa valeur est déterminée de façon à obtenir une fraction volumique égale de pâte ciment et de granulat, dans le même échantillon. Cette valeur vaut respectivement 22,5 mm ; 20 mm et 17,5 mm pour les angles  $\alpha$  de  $30^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $60^\circ$  (voir Figure III.3(a)) ;
- Un composite avec un **granulat droit** qui est un cas particulier du granulat oblique avec un angle droit ( $\alpha$  égal  $90^\circ$ ) et vérifie  $X = 15 \text{ mm}$  (voir Figure III.3(b)). Ce composite est appelé « composite droit » ou « composite à interface droite ».

- **Découpe des granulats**

La préparation des granulats se fait en deux grandes phases : une découpe grossière, puis une découpe de précision pour atteindre les dimensions souhaitées.

La première phase consiste à découper des tranches, d'une épaisseur minimale de 10 mm, dans une roche de silice à l'aide d'une scie à diamant. Cette découpe, dite grossière, correspond aux étapes 1 et 2 illustrées sur la Figure III.3 et est réalisée à l'aide d'un dispositif manuel où le support de l'échantillon est avancé manuellement vers la scie de découpe.

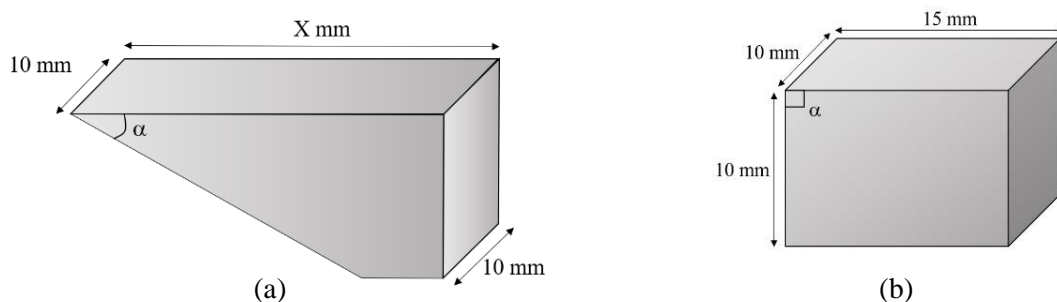


Figure III.3 Dimensions des granulats parallélépipédiques : (a) granulat oblique ; (b) granulat droit.

Chaque tranche est ensuite découpée en bandes d'une largeur minimale de 10 mm (étape 3 dans la Figure III.4). Les bandes sont ensuite découpées en plusieurs parallélépipèdes d'une hauteur au moins égale à

la longueur du granulat (par exemple 15 mm pour les granulats droits). À ce stade, la roche de silice a été réduite à une collection de cailloux ayant la géométrie d'un parallélépipède de dimensions  $10 \times 10 \times X \text{ mm}^3$ . Cette première phase de découpage est illustrée comme étape 4 sur la Figure III.4.



Figure III.4 Quatre étapes progressives de la découpe de la roche de silice.

Pour ce qui est de la deuxième phase de découpe, les granulats sont coupés avec précision, aux dimensions requises, à l'aide d'une tronçonneuse de précision de type Struers Secotom 50 (voir Figure III.5(a)). Cette tronçonneuse automatique comprend également une meule fixe et une table coulissante qui avance à une vitesse pré réglée de 0,5 mm/s. La vitesse de scie diamantée de découpe est réglée à 350 tours/s. Dans la première étape de cette découpe de précision, les granulats sont maintenus entre deux plaques parallèles afin d'assurer la parallélisation des faces par orthogonalisation consécutive des faces adjacentes (voir Figure III.5(b et c)).

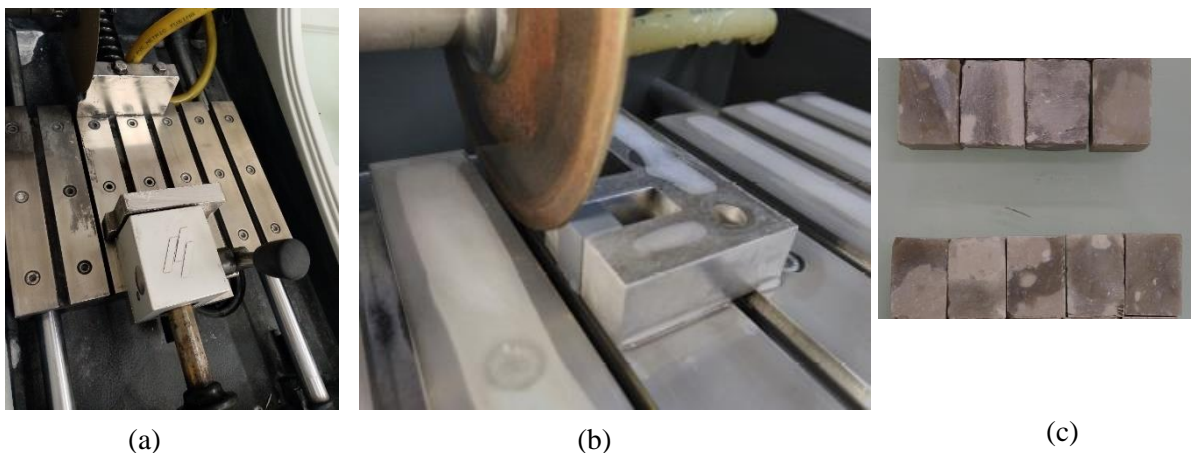


Figure III.5 (a) Dispositif d'orthogonalisation des faces adjacentes et parallélisation des faces ; (b) Dispositif de dimensionnement ; (c) Granulats à faces parallélisées et dimensionnées (exemple avec les granulats droits).

Cette étape de précision est appliquée quelle que soit l'inclinaison  $\alpha$  des granulats. La seconde étape de cette phase de découpe permet d'ajuster les dimensions des granulats avec une précision de 0,1 mm à l'aide d'un autre support utilisé en présence du premier, comme le montre la Figure III.6. Ce support permet d'avoir des parallélépipèdes propres avec des dimensions précises. Pour les granulats obliques, un porte-échantillon spécifique sous forme de pièces prismatiques a été conçu.

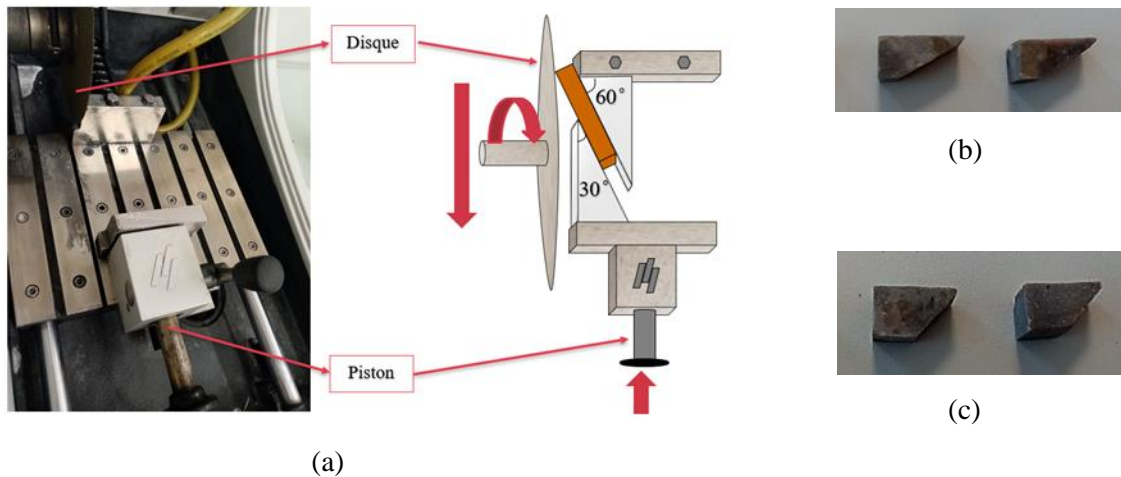


Figure III.6 (a) Dispositif de porte-échantillon qui permet de réaliser l'inclinaison des granulats obliques. Photographie de granulats obliques après la découpe : (b) 30° ; (c) 60°.

## III.4.2 Préparation des échantillons de pâte de ciment et des composites

### III.4.2.1 Réalisation des moules en silicone

La préparation et la mise en forme des échantillons de pâte de ciment et de composite sont réalisées dans des moules en silicone (voir Figure III.7(b)). Ces moules permettent un démoulage facile, sans endommagement des échantillons, ainsi qu'une réalisation rapide (24 heures), efficace et en quantité importante.

Pour la confection de ces moules souples, des contre-moules en acier sont usinés. Un silicone de type « Mold Max 14NV » est utilisé pour la réalisation des moules (voir la fiche technique en Annexe VII.1.3 et Figure III.7(a)). Le moule est démoulé après 24 heures (temps de polymérisation) et devient prêt à l'emploi. Ce protocole permet de créer facilement et rapidement des moules permettant la réalisation de plusieurs échantillons en une seule coulée.

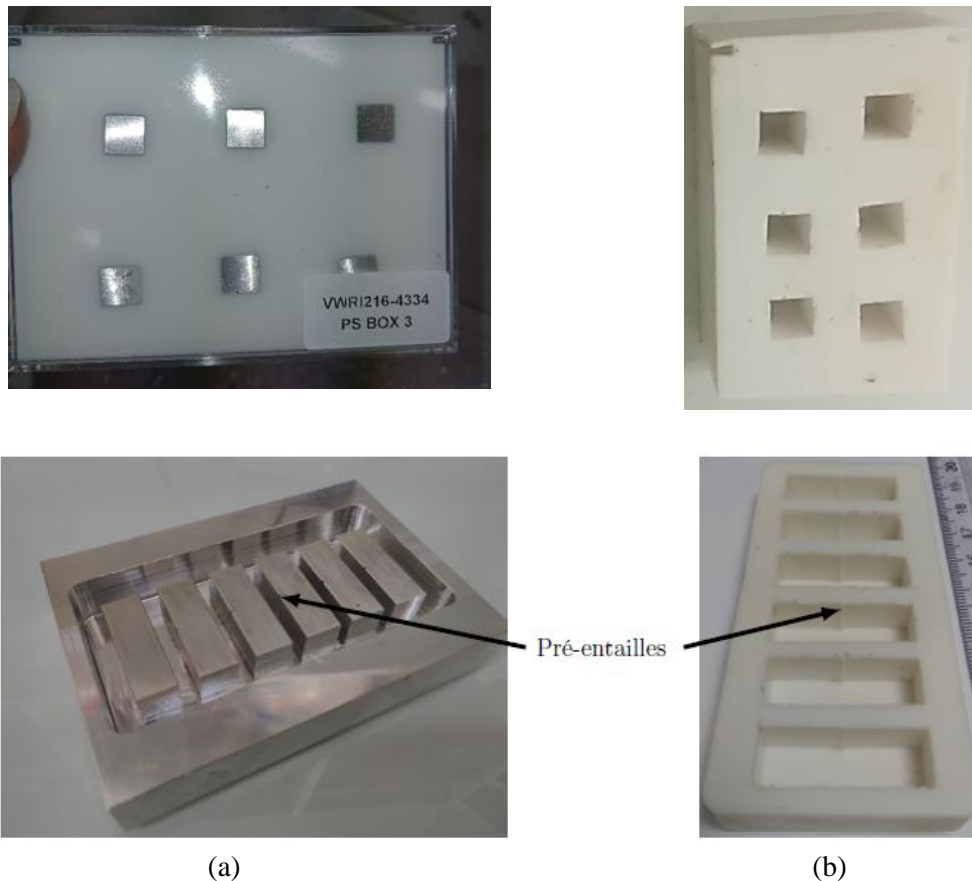


Figure III.7 Préparation des moules en silicone : (a) Contre-moule en acier ; (b) Moule en silicone après démoulage. En haut, pour les échantillons composite et pâte de ciment avec double entailles. En bas pour les échantillons de pâte de ciment avec une seule entaille.

Ces moules répondent bien au critère de répétabilité dimensionnelle et d'étanchéité à l'air (limitation du retrait dû au séchage de la pâte de ciment). Ils permettent également une bonne « planéité » des faces et présentent des parois non adhérentes, facilitant le démoulage. En revanche, l'inconvénient de ces moules est que la surface de la pâte de ciment à l'air libre, lors de son hydratation dans le moule en silicone, présente un menisque. L'ajout d'un excès de pâte de ciment lors du coulage résout ce problème.

#### III.4.2.2 Coulage des échantillons de pâte de ciment et des composites

La préparation des échantillons de pâte de ciment consiste à mélanger le ciment avec l'eau contenant 1,2% de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  de la masse du ciment. La quantité de ciment utilisée pour la fabrication des éprouvettes étant petite (environ  $500 \text{ cm}^3$ ), le malaxage s'effectue à la main à l'aide d'une spatule, pendant une minute jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène. À l'aide d'une spatule en acier, ce mélange est ensuite coulé dans les moules puis vibré manuellement.

Pour les échantillons composites, la préparation se fait en deux étapes. Le granulats, coupé et taillé, est placé dans le moule puis la pâte de ciment est versée au-dessus des granulats (voir Figure III.8).

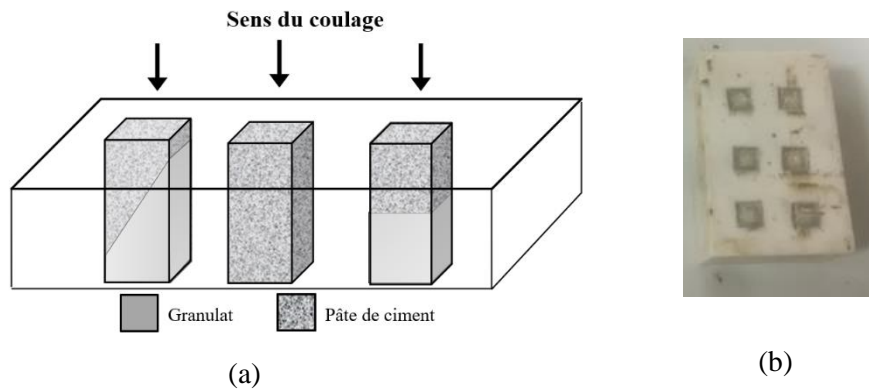


Figure III.8 (a) Schématisation du coulage des échantillons dans les moules en silicone : sens de coulage vertical ; (b) Exemple de résultat en fin d'opération.

Il est à souligné que pour chaque coulée, deux lots d'échantillons sont confectionnés :

- Un lot de référence comprenant des échantillons qui ne subissent pas de traitement thermique après le coulage au jeune âge. Ce lot est dit par la suite lot « **sain** ».
- Un deuxième lot comprenant des échantillons qui subissent une cure thermique après le coulage au jeune âge. Ce lot est dit « **dégradé** » ou « **RSI** ».

### III.4.2.3 Conservation des échantillons

Après le coulage, les échantillons sains sont conservés dans un moule pendant 24h. Ce moule est placé dans une boîte hermétique, dans un environnement humide (humidité relative élevée, voisine de 100%) et une température quasiment constante de 21°C. Après 24 h, ces échantillons sains sont démoulés et conservés dans un bac contenant une eau déminéralisée saturée en chaux. Le pH de cette solution est contrôlé tout au long de la durée de conservation (voir Figure III.9). Ce mode de conservation évite la dessiccation et limite la lixiviation. Les éprouvettes restent conservées dans cette solution jusqu'au moment des essais mécaniques.



Figure III.9 (a) Préparation de l'eau avec de la chaux pour la conservation des échantillons sains et vérification du pH de la solution de conservation (pH=12) ; (b) Échantillons composites après démoulage et conservation dans la solution.

## **III.5 Protocole d'essais de caractérisation mécanique**

Cette section présente différents essais conçus afin d'investiguer expérimentalement le comportement mécanique du béton et de la pâte de ciment à l'échelle locale. Ces essais considèrent des échantillons de pâte de ciment et des composites (ciment CEM I/granulat siliceux) sollicités en traction et en cisaillement directs dans le but de caractériser la rupture soit en mode normal, soit en mode tangentiel. Ces deux essais permettent d'estimer les contraintes cohésives à utiliser dans le modèle numérique pour les deux modes de rupture. Néanmoins, un autre dispositif d'essais, la flexion, est développé dans le cadre de cette thèse afin d'étudier simultanément la rupture de deux types d'échantillons en mode mixte (mode I + mode II). Ces trois essais sont détaillés ci-après, respectivement dans les paragraphes III.5.1, III.5.2 et III.5.3.

Ces trois essais sont réalisés sur une machine d'essai du type « Mechanical Testing System » en imposant une vitesse de déplacement de  $10\mu\text{m/s}$  permettant de considérer un chargement quasi-statique. Le dispositif permet de mesurer la force exercée sur les échantillons ainsi que les champs de déplacements au cours des essais.

### **III.5.1 Essai de traction directe**

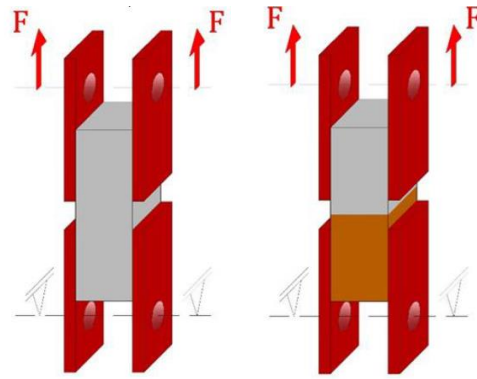
L'essai de traction directe a été développé par Jebli [126] et Mielniczuk [162] où le dispositif expérimental présenté à la Figure III.10 a été mis en œuvre [125]. Une amélioration a ensuite été proposée par Girboveanu [88]. Selon le schéma de chargement préconisé par Jebli [126], le chargement est appliqué aux éprouvettes par l'intermédiaire de quatre plaques métalliques qui sont collées par ajustement à la main sur les faces latérales des échantillons, comme la montre la Figure III.10. Cependant, les échantillons de pâte de ciment de Jebli ne présentaient pas les deux entailles au milieu des éprouvettes, ce qui ne permettait pas de contrôler le développement de la fissuration dans l'échantillon.

Les essais réalisés avec ce protocole présentent une dispersion importante des réponses mécaniques. L'honneur et al. [148] se sont intéressés à l'origine de la dispersion des résultats observés au cours d'une étude numérique. Ils ont montré qu'un léger défaut de parallélisme des axes de chargement des plaques de fixation pouvait entraîner un chargement non uniforme de l'échantillon (voir Figure III.11(a)). À cause de l'hyperstaticité du dispositif, une excentricité élevée du chargement pourrait se développer après le chargement de trois plaques au lieu de quatre (voir Figure III.11(b)), modifiant les conditions aux limites. La rupture se produit dans ce scénario de manière dispersée et à un niveau inférieur à celui prévu, suite au couplage entre la traction et la flexion. En conséquence, pour éviter cette dispersion, un nombre minimal de dix tests doit être réalisé.



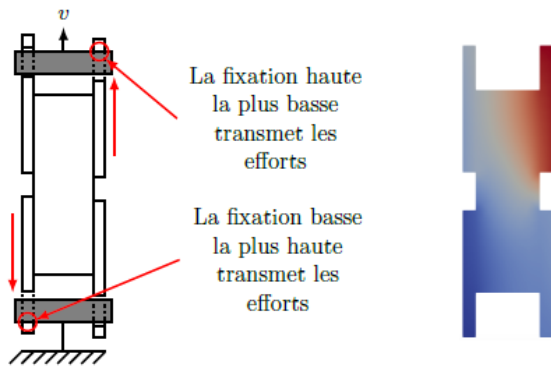


(a)

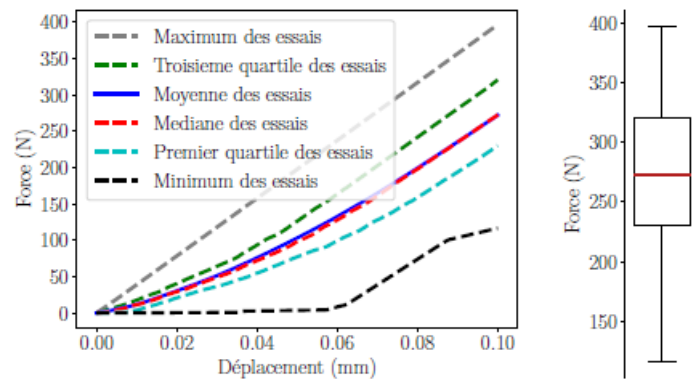


(b)

Figure III.10 Schéma de l'essai de traction directe réalisé par Jebli sur des échantillons de : (a) pâte de ciment ; (b) composites pâte de ciment CEM I / granulats calcaires [88].



(a)



(b)

Figure III.11 Essai de traction directe : (a) Schéma illustrant la conséquence d'un défaut de positionnement des fixations sur le chargement appliqué à une éprouvette de ciment. ; (b) Statistique des réponses numériques de la force de l'essai au déplacement final [148].

Une réduction des défauts géométriques a été proposée par Girboveanu [88] (Figure III.12(a)) via un assemblage de collage constitué de deux demi-boîtes rigides et guidées. Les deux axes de réglage du parallélisme sur le fond ont été conçus pour ne permettre qu'une translation relative des demi-boîtes. Les quatre plaques de fixations sont ensuite insérées dans le cadre, à deux mâchoires d'écart. La vis inférieure sert à serrer l'ensemble. Cette disposition permet un réglage satisfaisant du parallélisme des plaques et des axes de chargement. La précision géométrique de l'assemblage décrite est donnée par l'erreur de parallélisme la plus élevée au niveau des axes de chargement. Cette précision est obtenue en réduisant le jeu entre les axes de positionnement et leurs trous : il s'agit de la plus grande distance entre une ligne imaginaire reliant les centres des trous de deux plaques placées face à face et une ligne horizontale passant par le centre du premier axe. La valeur obtenue est de 0,1 mm (voir Figure III.12(b)).

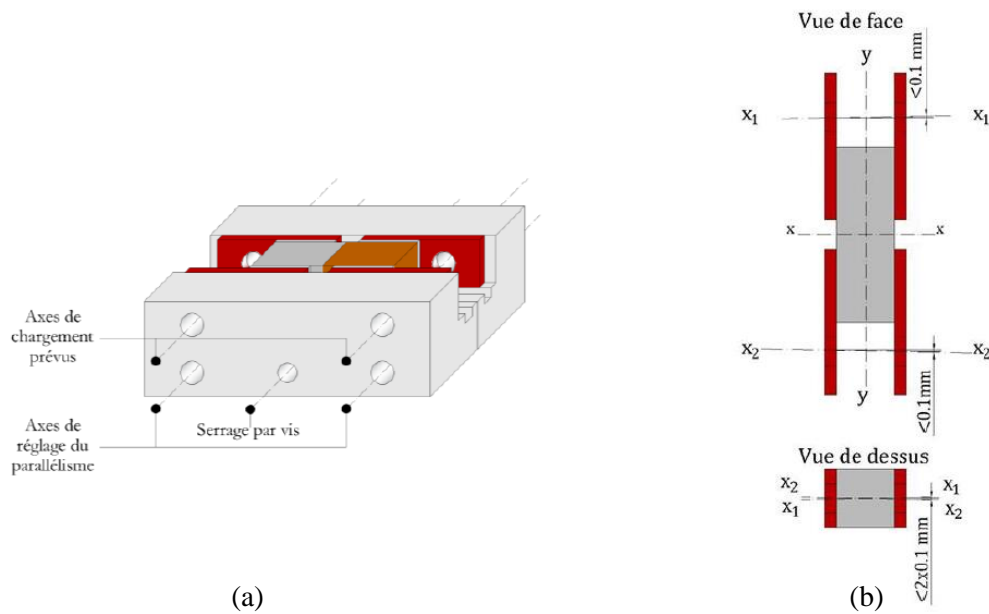


Figure III.12 (a) Montage du collage des plaques à l'aide de deux demi-boîtes guidées ; (b) Erreurs maximales de parallélisme des axes de chargement tolérées [88].

Après la réduction à un niveau convenable des défauts géométriques, Girboveanu [88] a également limité l'hyperstaticité du système en introduisant deux pièces en U biarticulées (Figure III.13(b)). Ce mécanisme de chargement a été retenu pour les essais de traction directe réalisés dans le cadre de cette thèse.

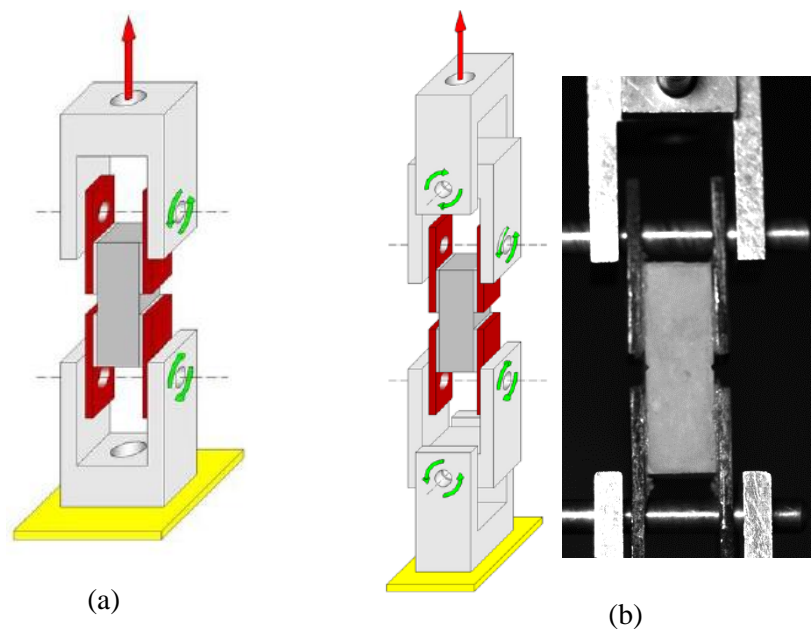


Figure III.13 Dispositif de l'essai de traction directe : (a) mis en place par Jebli [126]; (b) développé par Girboveanu [88].

Enfin, une dernière amélioration pour contrôler l'initiation de la rupture des échantillons a été de mettre en place un système de double entaille sur les échantillons de pâte de ciment et sur les composites avec un granulats droit.

La **préparation des échantillons** (pâte de ciment et composite droit) consiste à les enlever de la solution de conservation, de les sécher à l'extérieur avec une serviette en papier avant de déposer la colle. Les quatre plaques en acier, percées d'un trou, sont collées aux échantillons avec de la résine Sikadur 30 (voir la fiche technique en Annexe VII.1.2) moyennant le dispositif de collage illustré sur Figure III.14. Les échantillons sont conservés 24h dans un dessiccateur contenant de l'eau afin de maintenir un milieu humide (HR proche de 100%) et de ne pas causer de retrait, notamment sur les échantillons composites au niveau de l'interface. Les échantillons sont enfin fixés par des tiges en acier au dispositif en « double U » qui est lui-même fixé aux plateaux de la machine MTS.

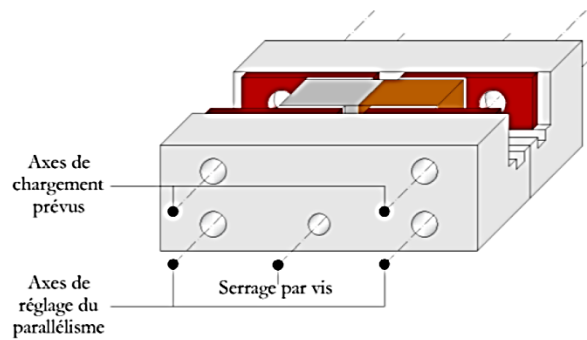


Figure III.14 Montage de collage à base de deux demi-boîtes guidées.

### III.5.2 Essais de cisaillement direct (non confiné)

À l'échelle locale, un autre type d'essai mécanique, le cisaillement direct, a été réalisé sur des éprouvettes parallélépipédiques de pâte de ciment et composite droit afin de caractériser la contrainte de rupture en mode II.

Pour réaliser cet essai, des dispositifs expérimentaux ont été conçus et réalisés de manière à ce que la rupture soit localisée précisément au milieu de l'éprouvette de ciment et à l'interface du composite. Le dispositif de chargement pour l'essai de cisaillement direct a été conçu par Jebli [126]. Il est composé de deux demi-boîtes rigidement reliées à la machine et destinées à maintenir les deux extrémités de l'échantillon. La distance séparant ces deux compartiments est voisine de 0,5mm pour éviter tout risque de la flexion de l'échantillon (voir Figure III.15). La demi-boîte inférieure reste fixe pendant l'essai, tandis que le mouvement de translation de la demi-boîte supérieure produit le cisaillement de l'échantillon. La conception de ce dispositif permet l'application d'une force normale de confinement qui n'est pas utilisée ici.

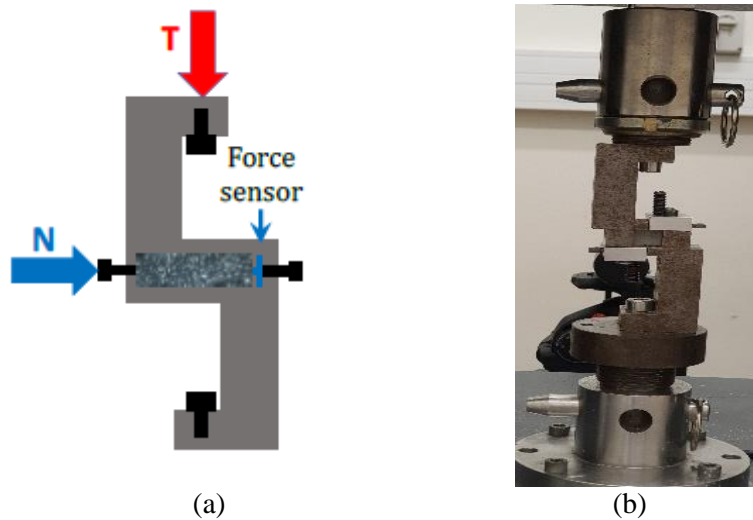


Figure III.15 Dispositif de l'essai de cisaillement : (a) Schéma ; (b) Dispositif expérimental réel.

### III.5.3 Essai de flexion trois points

Les essais de flexion trois points permettent d'étudier la rupture et la fissuration des matériaux cimentaires dans des situations de sollicitations complexes. En modifiant la forme, le support et les conditions de chargement, de nombreux types d'essais peuvent être réalisés afin d'obtenir un mode de rupture mixte. À cet effet, un banc de flexion a été conçu par Girboveanu [88] et utilisé dans les travaux de Joffrey [149], afin de réaliser des essais de flexion symétriques et non symétriques. Une vis de serrage immobilise sur son rail le support portant les deux points d'appuis inférieurs de l'essai de flexion (voir Figure III.16). L'appui supérieur, en contact avec la MTS, est responsable de l'application de chargement imposé par la machine.

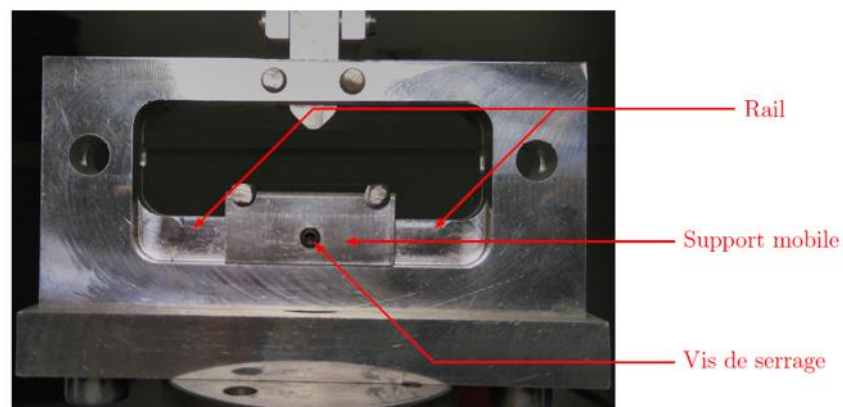


Figure III.16 Dispositif de la flexion trois points et description des éléments permettant le réglage des conditions aux limites pour la réalisation d'un essai symétrique et non symétrique [148].

### III.5.3.1 Essais de flexion trois points « excentrée » - Pâte de ciment

Pour étudier la rupture locale en mode mixte des échantillons de pâte de ciment, des essais de flexion trois points sont réalisés sur les échantillons pré-entaillés (Figure III.2(a)) avec un chargement excentré par rapport à l'axe central de l'échantillon. Par la suite, l'excentricité du chargement par rapport au centre de l'échantillon est notée «  $dx$  ». Cette excentricité est réglée expérimentalement par le déplacement du support mobile inférieur de l'échantillon d'une distance  $dx$  par rapport au centre du dispositif (voir Figure III.17).

L'échantillon est d'abord positionné « à l'œil » face à une caméra à haute résolution "acA5472-17um - Basler ace" qui est montée sur un portique pour minimiser les vibrations. La salle où se déroule l'essai est non accessible à la lumière du jour. Pendant le test, l'échantillon est simplement éclairé par un projecteur lumineux.

Le logiciel « Basler pylon » permet à la caméra de voir l'échantillon en dehors de l'étape d'enregistrement. Dans ce mode de fonctionnement, s'effectue un réglage de la caméra de la position de l'échantillon par rapport aux deux points d'appuis. Puis, l'excentricité du support par rapport au chargement est réglée par un pied à coulisse avant de la vérifier sur l'image de la caméra.

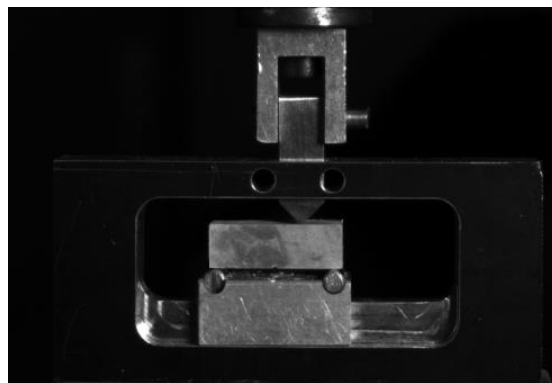
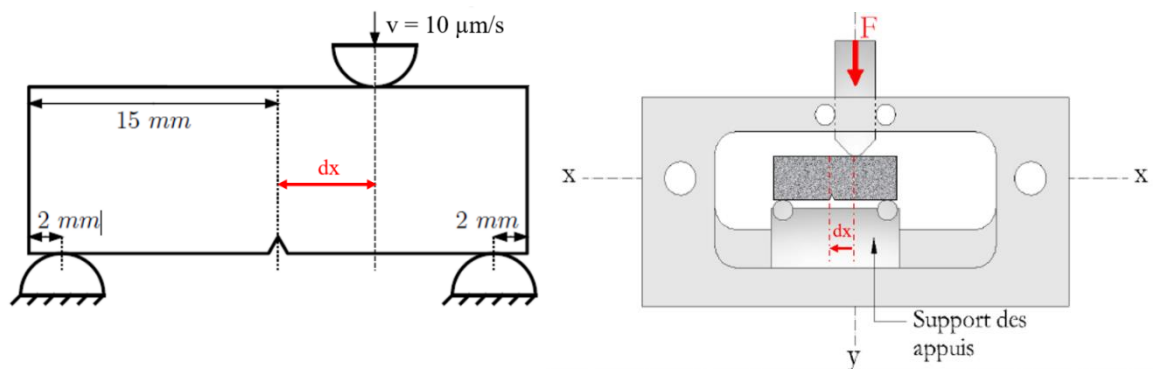


Figure III.17 Dispositif de l'essai de flexion trois points avec un chargement excentré «  $dx$  » sur des échantillons de pâte de ciment pré-entaillés.

Au cours de cette thèse, quatre positions de chargement sont testées avec une excentricité  $dx$  égale à 0mm (chargement centré) ; 2,5 mm ; 5 mm et 7,5 mm pour le mode mixte. Ces essais vont ainsi permettre la compréhension du comportement et de la rupture sous sollicitations complexes d'une pâte de ciment.

### III.5.3.2 Essai de flexion trois points « centrée » - Composite avec interface oblique

On s'intéresse aussi au comportement de l'interface entre la pâte de ciment et le granulat. Cette zone est la première zone privilégiée à la propagation de fissure. Dans cette thèse, **une campagne expérimentale originale** est développée afin de reproduire expérimentalement le mode mixte de la propagation de fissure au niveau de l'interface pâte/granulat.

Des essais de flexion trois points avec un chargement centré sont réalisés sur des échantillons composites avec l'interface oblique (voir Figure III.18). Pour tester différents rapports de mixité, quatre échantillons composites sont réalisés avec des inclinaisons  $\alpha$  égales à  $90^\circ$  (composite droit),  $60^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $30^\circ$ . L'angle  $90^\circ$  correspond à une propagation en mode normal de la fissure au niveau de l'interface, tandis que les autres inclinaisons correspondent à une propagation en mode mixte. La géométrie des échantillons et leurs dimensions sont choisies afin d'obtenir des fractions volumiques égales pour les granulats et la pâte de ciment.

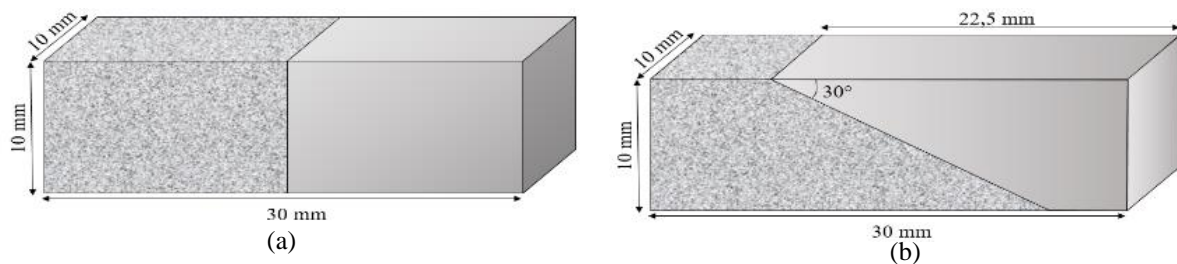


Figure III.18 Géométrie des éprouvettes : (a) composite à interface droite avec un angle de  $90^\circ$  ; c) composite à interface inclinée avec un angle de  $30^\circ$ .

Dans le composite à interface inclinée, deux configurations sont également testées (voir Figure III.19) :

- la configuration 1, notée C1, où le chargement est appliqué sur le granulat siliceux ;
- la configuration 2, notée C2, où le chargement est appliqué sur la pâte de ciment.

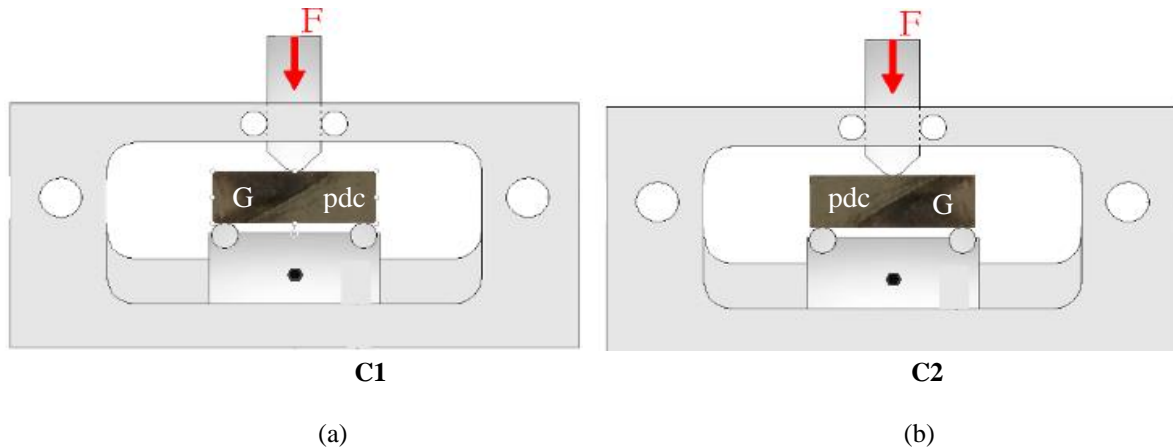


Figure III.19 Dispositif de l'essai de flexion trois points « centrée » sur des composites pâte de ciment (pdc)/granulat (G) avec interface oblique (d'angle  $\alpha$ ) testés sur deux configurations : (a) C1 ; (b) C2.

### III.6 Conclusion

Ce chapitre a détaillé la méthodologie suivie pour caractériser mécaniquement la rupture locale au niveau de la pâte de ciment et de l'interface pâte/granulat, sous différents modes de rupture et chargement complexe pour les matériaux sains.

La réalisation des éprouvettes ainsi que la mise en œuvre du protocole expérimental ont été définies. Les matériaux et les géométries des échantillons ont été choisis de manière à respecter l'échelle de l'étude. Un travail rigoureux de découpe a été nécessaire pour obtenir des dimensions précises des granulats. Un protocole spécifique de réalisation des éprouvettes a aussi été mis au point pour garantir une bonne répétabilité, dans des conditions homogènes et favorables de conservation. La caractérisation mécanique de ces deux matériaux est réalisée sur des échantillons parallélépipédiques de pâte de ciment pure et de composite (pâte de ciment / granulat siliceux), de dimensions  $10 \times 10 \times 30 \text{ mm}^3$ .

Une caractérisation sous sollicitation simple (traction ou cisaillement direct) précède des chargements plus complexes avec une flexion trois points à chargement excentré. Des essais originaux de flexion trois points sur composite à interface inclinée sont réalisés sous différentes configurations et conditions de chargements afin de faire varier les rapports de mixité de fissuration.

La Table III.4 synthétise les essais expérimentaux réalisés à l'échelle locale avec la géométrie adéquate des éprouvettes et le mode de rupture correspondant.

Dans la suite, une méthodologie de confrontation essais/simulations permet d'identifier et valider les paramètres cohésifs pour la pâte de ciment, les granulats et leur interface. Ceci fait l'objet du chapitre suivant.

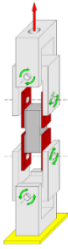
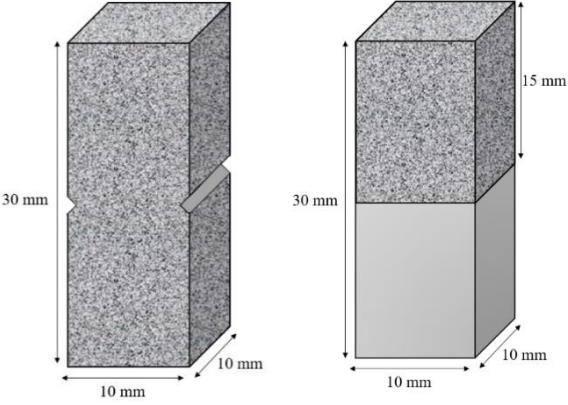

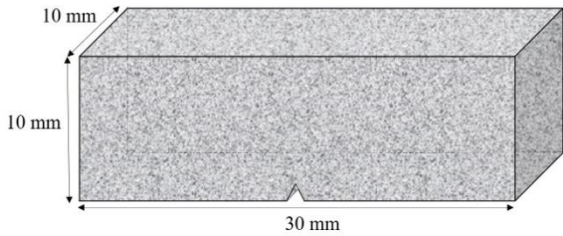
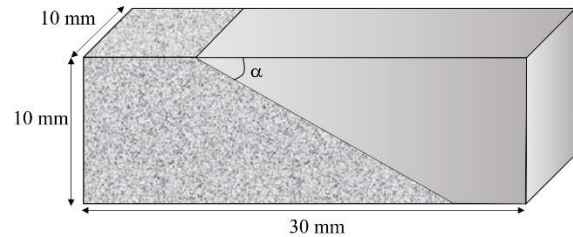
Type d'essai	Charge	Géométrie des échantillons	Mode de rupture
 <p>Traction</p>	Directe	 <p>30 mm 10 mm 10 mm 15 mm</p>	Normal (mode I)
 <p>Cisaillement</p>			Tangent (mode II)
Flexion trois points	Excentrée	 <p>10 mm 10 mm 30 mm</p>	Mixte (mode (I + II))
	Centrée	 <p>10 mm 10 mm 30 mm <math>\alpha</math></p>	Mixte (mode (I + II))

Table III.4 Tableau résumant les différents essais expérimentaux réalisés à l'échelle locale sur des échantillons de pâte de ciment et des composites pour différents modes de rupture.



## **IV. Chapitre 4 : estimation des paramètres cohésifs à l'échelle locale**

## IV.1 Introduction

Un des objectifs principaux de la thèse consiste à mettre en place une méthodologie expérimentations/simulations afin de faciliter l'extraction des paramètres des zones cohésives. Cette méthodologie est utilisée pour la simulation numérique de la rupture des matériaux cimentaires sains, en mode pur puis en mode mixte, à l'échelle locale. Plus particulièrement, on s'intéresse à la modélisation du comportement mixte des échantillons cimentaires, et des composites (pâte de ciment CEM I et granulats siliceux).

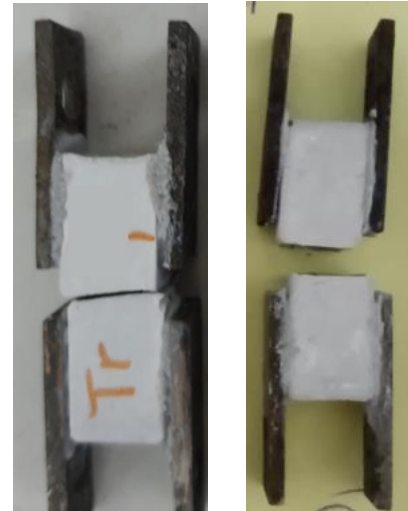
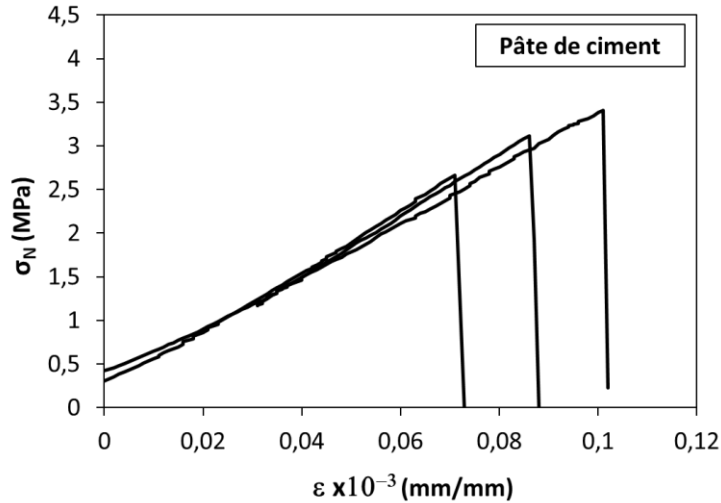
La loi cohésive dépend de plusieurs paramètres cohésifs ( $C_i$ ,  $\sigma_i$ ,  $w_i$ ) associés à chacun des deux modes  $i$  purs (I et II). L'identification des contraintes maximales  $\sigma_i$  pour la pâte de ciment et l'interface est effectuée sur les essais de traction et cisaillement directs (§ IV.2). La validation de ces paramètres et la calibration des ténacités sont réalisées sur les essais de flexion trois points.

## IV.2 Identification des paramètres cohésifs à partir des essais locaux

Dans cette section, on s'intéresse aux comportements mécaniques des échantillons sains de pâte de ciment et composites pâte de ciment/grulats, sous sollicitation simple, à l'échelle locale. Pour chaque type d'échantillons, des essais mécaniques permettent d'estimer un couple de paramètres cohésifs, à savoir les contraintes cohésives normales et tangentielles. Les paramètres normaux sont estimés à partir des essais de traction directe tandis que les paramètres tangentiels le sont sur l'essai de cisaillement direct. Les résultats de ces deux essais sont présentés ci-après, dans les sections IV.2.1 et IV.2.2.

### IV.2.1 Paramètres de rupture en mode I

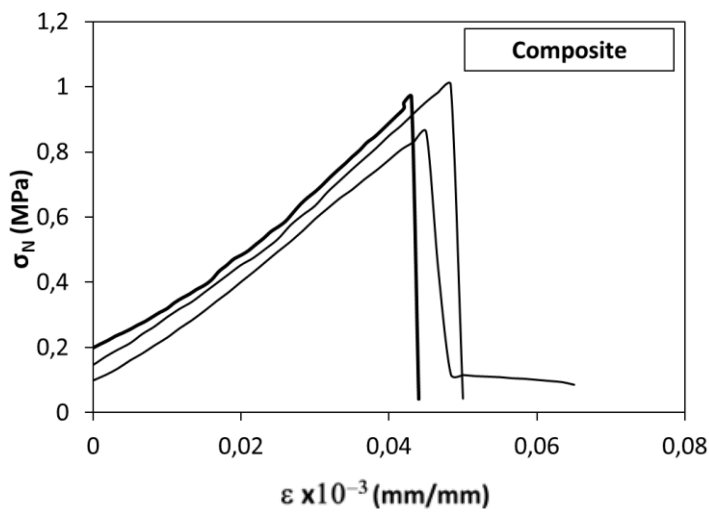
En mode normal, on s'intéresse à la détermination de la résistance à la rupture grâce au dispositif de traction directe sur des échantillons de pâte de ciment et composites dont les géométries sont indiquées dans la Table III.4. Les échantillons testés sont réalisés avec la même coulée, avec une formulation décrite en section III.3. Les courbes contrainte/déformation de la pâte de ciment pure (voir Figure IV.1) et du composite pâte de ciment/grulats (voir Figure IV.2) sont tracées à différents stades de l'hydratation afin de permettre l'accès aux contraintes de rupture, comme montrées sur la Figure IV.4. Un exemple est donné à quarante jours d'hydratation sur la Figure IV.1 et la Figure IV.2 où un comportement fragile est obtenu. Pour les deux échantillons, on observe une rupture plane : au niveau des entailles pour la pâte de ciment (voir Figure IV.2(b)) et au niveau de l'interface pour le composite (voir Figure IV.3(b)).



(a)

(b)

Figure IV.1 (a) Courbes contrainte/déformation avec une résistance moyenne à 40 jours de 3,1 MPa ; (b) Faciès de rupture en traction des éprouvettes pâte de ciment à 40 jours.

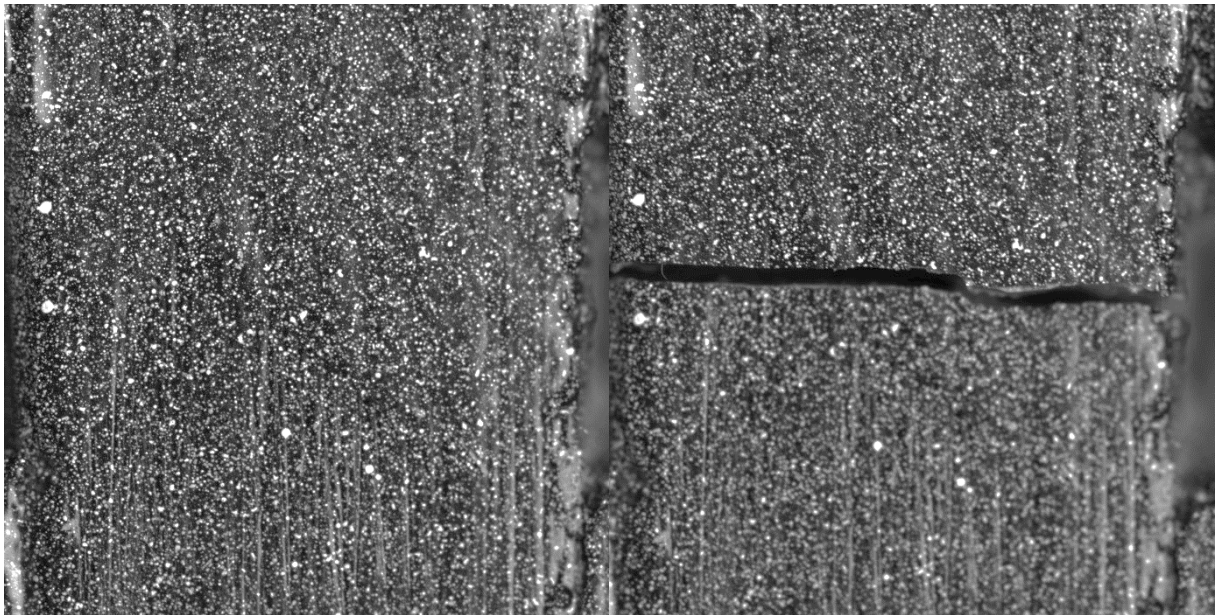


(a)

(b)

Figure IV.2 (a) Courbes contrainte/déformation avec une résistance moyenne à 40 jours de 0,89 MPa ; (b) Faciès de rupture en traction des éprouvettes composites à 40 jours.

La caméra haute résolution, avec une fréquence de prises d'images élevée, est utilisée pour faire de la corrélation d'images numériques (CIN) et mesurer les champs de déplacements. Elle n'a malheureusement pas permis d'observer le comportement après rupture, en raison de la fragilité du matériau. La Figure IV.3 illustre l'incapacité de la caméra à capturer l'initiation et la propagation de la fissure au cours de l'essai. La réponse mécanique est donc estimée à l'aide des courbes forces/déplacements de la machine de traction.



(a)

(b)

Figure IV.3 Clichés de la caméra haute résolution durant un essai de traction sur échantillon de pâte de ciment : (a) Juste avant rupture (temps = X) ; (b) Juste après rupture (temps = X+1 ms).

Sur la Figure IV.4, est représentée l'évolution des valeurs moyennes des contraintes à rupture  $\sigma_N^{max}$  et les dispersions obtenues au cours de l'hydratation (mesurés sur quatre échantillons). Aussi bien pour le composite que pour la pâte de ciment, il est observé une augmentation significative de la contrainte à rupture  $\sigma_N$  au début de l'hydratation jusqu'à 70 jours, suivie d'une décroissance puis une stabilisation à partir de 100 jours. **Pour la pâte de ciment, la contrainte à la rupture pour le mode I de propagation est évaluée à :  $\sigma_N^{max}|pdc \approx 3,1 \pm 0,15 MPa$ .** Cette valeur confirme partiellement les résultats de Jebli [126] ( $\sigma_N^{max}|pdc \sim 2,3 MPa$ ) et de Gîrboveanu [88] ( $\sigma_N^{max}|pdc \sim 3,8 MPa$ ). L'**interface** résiste moins que la pâte de ciment, avec une résistance à la rupture pour le mode I de l'ordre de  **$1 \pm 0,15 MPa$** .

Le **rapport entre la résistance à la traction** de l'interface et celle de pâte de ciment est estimé à  $\sigma_N^{max}|interface \approx \frac{1}{3} \sigma_N^{max}|pdc$ . Pour les simulations, ces valeurs de résistances sont retenues comme valeurs de contraintes cohésives normales des interfaces cohésives pour la pâte de ciment /pâte de ciment et la pâte de ciment/granulat.

Concernant les faciès de rupture, il est observé que toutes les fissures des composites se produisent dans l'interface pâte de ciment/granulat (voir Figure IV.2(b)) ; cela reflète bien la zone la plus faible de l'échantillon. Pour la pâte de ciment, une seule fissure se propage en mode I au centre de l'échantillon entre les deux entailles (voir Figure IV.1(b)).

En conclusion, les deux types d'échantillons présentent un comportement quasi-fragile où une seule fissure se propage rapidement, soit dans la pâte de ciment, soit au niveau de l'interface ciment/granulat, provoquant ainsi une forte réduction post-pic de la contrainte de traction.

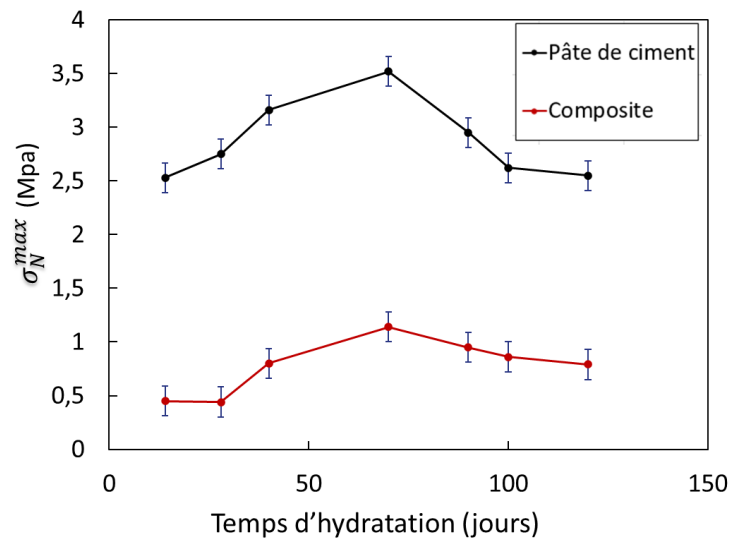


Figure IV.4 Évolution des contraintes à rupture moyennes en traction mesurées sur quatre échantillons de pâte de ciment et composites en fonction du temps d'hydratation.

## IV.2.2 Paramètres de rupture en mode II

En ce qui concerne la caractérisation mécanique des échantillons en mode II de fissuration, des essais de cisaillement direct sur des échantillons de pâte de ciment et composites sont conduits. La Figure IV.5 représente le dispositif d'essai décrit au paragraphe III.5.2, avec la mise en évidence des conditions aux limites et du chargement.

Les courbes contrainte/déformation de la pâte de ciment pure (voir Figure IV.6) et du composite pâte de ciment/granulat (voir Figure IV.7) sont représentées à différents stades d'hydratation afin de permettre l'accès aux contraintes de rupture selon le mode tangentiel, comme le montre la Figure IV.9. Un exemple est donné à quarante jours d'hydratation sur la Figure IV.6 et la Figure IV.7.

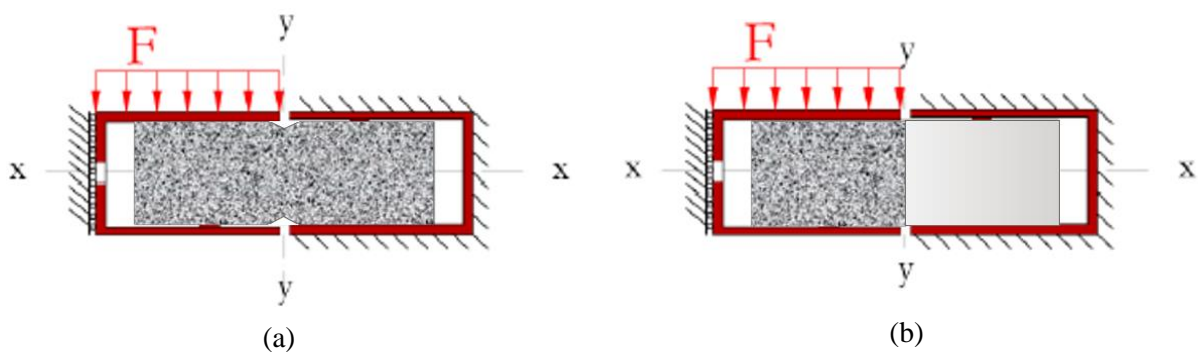


Figure IV.5 Schématisation des essais de cisaillement avec les conditions aux limites appliquées sur les éprouvettes : (a) pâte de ciment et (b) composite.

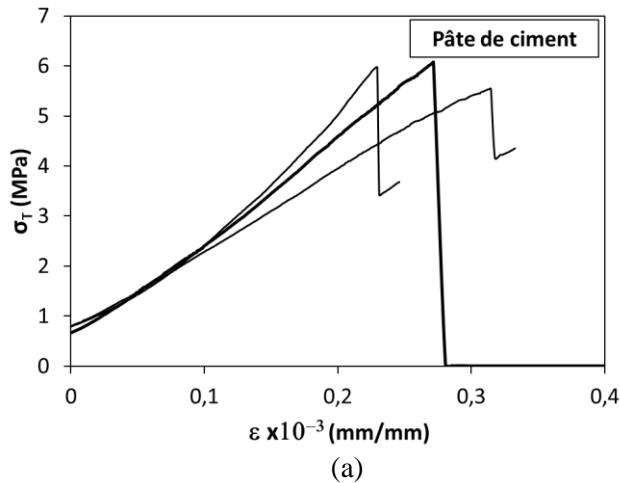


Figure IV.6 (a) Courbes contrainte/ déformation avec une résistance moyenne à 40 jours de 5,8 MPa ;(b) Faciès de rupture sous cisaillement des éprouvettes de pâte de ciment à 40 jours.

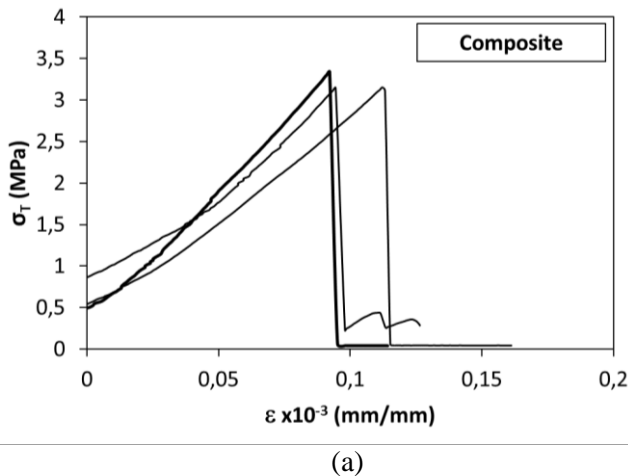


Figure IV.7 (a) Courbes contrainte/déformation avec une résistance moyenne à 40 jours de 3,15 MPa ; (b) Faciès de rupture sous cisaillement des éprouvettes composites à 40 jours.

De même que pour l'essai de traction directe, un comportement fragile est observé en cisaillement. La caméra haute résolution n'a pas permis d'observer la propagation de la fissure et de mesurer les champs de déplacements après rupture à cause de la fragilité du matériau (voir Figure IV.8). La réponse mécanique est donc estimée à l'aide des courbes forces/déplacement de la machine de cisaillement.

La Figure IV.9 montre l'évolution des valeurs moyennes des contraintes à la rupture tangentielle  $\sigma_T$  et les dispersions en fonction du temps d'hydratation. Les résultats des essais de cisaillement montrent que la résistance au cisaillement subit une augmentation avec le temps d'hydratation jusqu'à 70 jours, d'une manière comparable pour la pâte de ciment et le composite, suivie d'une stabilité décroissante puis une stabilisation à partir de 100 jours.

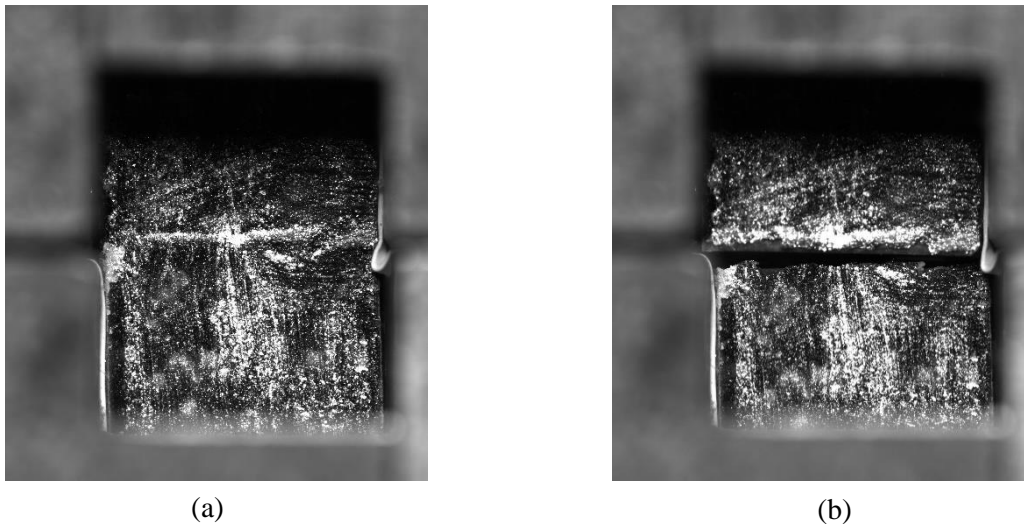


Figure IV.8 Images de la caméra haute résolution durant un essai de cisaillement sur un échantillon composite : (a) juste avant rupture (temps = X) ; (b) juste après rupture (temps = X+1 ms).

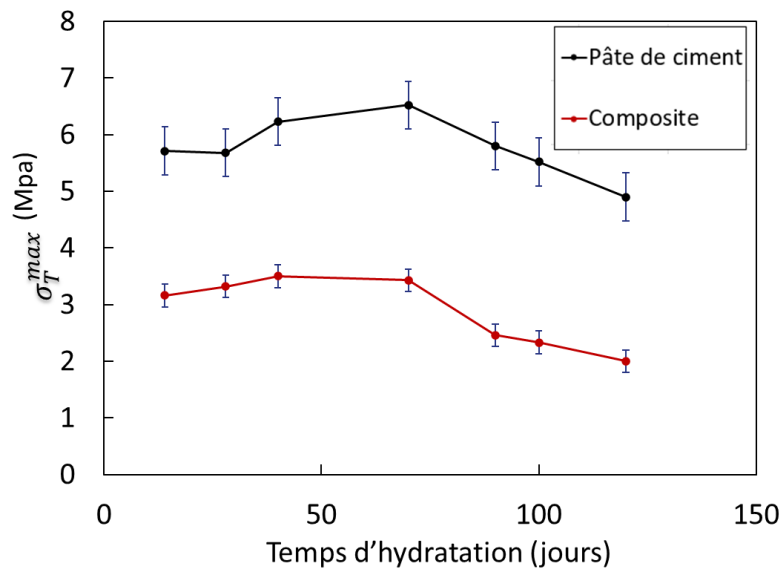


Figure IV.9 Évolution des contraintes à rupture moyenne en cisaillement mesurés sur quatre échantillons de pâte de ciment et composite en fonction du temps d'hydratation.

En comparant les deux types d'échantillons, on constate que le composite présente une contrainte de cisaillement inférieure à celle de la pâte pure. Cette mesure souligne la fragilité de l'interface entre la pâte et le granulat. Pour la **pâte de ciment**, la **contrainte à la rupture pour le mode II** de propagation est en moyenne de l'ordre de  $\sigma_T^{max}|pdc \approx 6,5 \pm 0,25 MPa$ . Cette valeur confirme les résultats de Jebli [126] ( $\sigma_T^{max}|pdc \sim 6 MPa$ ) et de Gîrboveanu [88] ( $\sigma_T^{max}|pdc \sim 7 MPa$ ). De même, l'**interface** résiste moins que la pâte de ciment avec une résistance à la rupture pour le mode II de l'ordre de  **$3 \pm 0,1 MPa$** .

Le **rapport entre la résistance au cisaillement** de l'interface et celle de pâte de ciment est estimé  $\sigma_T^{max}|interface \approx \frac{1}{2} \sigma_T^{max}|pdc$ . Ces valeurs de résistances sont retenues comme valeurs des contraintes cohésives tangentielles des interfaces cohésives (pâte/pâte et pâte/granulat) pour les simulations de propagation mixte de la fissure à l'échelle locale dans ces matériaux.

Toutes les fissures des composites se produisent dans l'interphase pâte de ciment/granulat (Figure IV.6(b) et Figure IV.7(b)), qui reflète là encore la zone de faiblesse de l'échantillon. Pour la pâte de ciment, une seule fissure se propage en mode II au centre de l'échantillon entre les deux entailles.

Comme pour les échantillons en traction, les deux types d'échantillons présentent un comportement quasi-fragile où la fissure se propage brutalement au centre des échantillons, en provoquant une forte réduction post-pic de la contrainte de cisaillement.

### IV.2.3 Conclusion

Pour décrire le comportement mécanique de la fissuration dans les matériaux cimentaires, en mode pur, des essais originaux à l'échelle locale sont réalisés. Les résistances à la traction et au cisaillement des échantillons ciment et composites évoluent avec le temps d'hydratation, avec des valeurs plus faibles pour le composite que pour la pâte de ciment. À 120 jours d'hydratation, la résistance à la traction  $\sigma_N^{max}$  de l'interface est équivalente à 30 % de la résistance de la pâte pure. La résistance au cisaillement  $\sigma_T^{max}$  de l'interface est estimée à 50 % de celle de la pâte de ciment. L'évolution du rapport des résistances entre interface et composite pour les deux modes de rupture est accessible sur la Figure IV.10. La Table IV.1 compare les valeurs obtenues aux résultats antérieurs [88][126]. Ces auteurs ont testé des échantillons de même dimension (1x1x3 cm<sup>3</sup>). La différence avec les travaux de Jebli [126] réside dans le type de ciment (différentes compositions) utilisé et la technique de coulage (coulage dans des moules en acier, sens de coulage horizontal. Gîrboveanu [88] utilise un protocole expérimental similaire à celui du présent travail : il a obtenu un rapport similaire pour la contrainte de cisaillement entre composite et pâte de ciment tandis qu'il a trouvé une valeur élevée de 95% pour les essais de traction directe. Ce rapport élevé en traction entre les deux échantillons n'est vérifié que par 90% des échantillons composites en traction, leur rupture s'étant produite dans la pâte et non au niveau de l'interface.



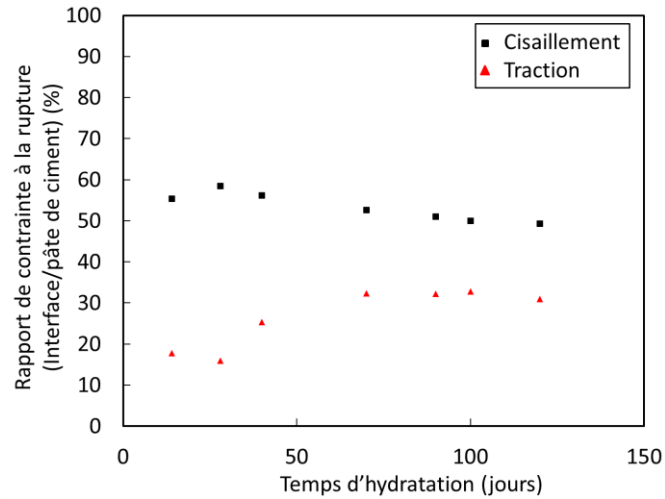


Figure IV.10 Évolution du rapport des contraintes à la rupture du composite et de la pâte de ciment pour les essais en cisaillement et traction directs.

	$\frac{\sigma_i^{max} interface}{\sigma_i^{max} pdc}$	
	i = N , Traction	i = T , Cisaillement
Jebli [126]	70 %	75 %
Gârboveanu [88]	95 %	57 %
Al Dandachli	30 %	50 %

Table IV.1 Comparaison à l'échelle locale des valeurs du rapport des contraintes à la rupture sur éprouvettes (composite et pâte de ciment) lors d'un essai mécanique de cisaillement et traction directs.

Dans la partie suivante, le comportement mécanique sous sollicitation complexe des échantillons de pâte de ciment et composite est simulé numériquement en se basant sur les identifications des résistances en modes purs des matériaux.

### IV.3 Validation du modèle cohésif pour une rupture en mode mixte des échantillons de pâte de ciment et composites

Des investigations importantes ont été faites pour comprendre l'initiation et la propagation régulière des fissures dans les matériaux quasi-fragiles en mode mixte : poutres Iosipescu [121], Arrea et Ingraffea [120], Bazant et Pfeiffer [23], Biolzi [33], Bocca et al. [36], Ballatore et al.[16], Schlangen et Van Mier [214], ou Carpinteri et al. [49] ; éprouvettes entaillées de béton, partiellement fissurées, sous tension Nooru-Mohamed [183], Nooru-Mohamed et Van Mier [184] et Hassanzadeh [106].

Les propriétés du mode II ne font pas consensus. Selon certains auteurs, le mode II est négligeable ou inexistant dans les ruptures en mode mixte. Jenq et Shah [129], Swartz et al. [234] ont estimé expérimentalement que l'énergie de rupture du mode II est huit à dix fois supérieure à celle du mode I.

Bazant et Pfeiffer [22] ont conclu que cette énergie est trente fois supérieure. De plus, Carpinteri et al. [46] ont confirmé que l'énergie de rupture du mode mixte est de 16 à 33% supérieure à celle du mode I.

Une étude systématique portant sur les mécanismes physiques intervenant dans l'initiation et la propagation stable des fissures avec différentes géométries d'essais est nécessaire pour clarifier le rôle et l'influence des paramètres de rupture en mode II sur la rupture en mode mixte des matériaux quasi-fragiles. Le travail présente ici une procédure qui reproduit numériquement, à l'échelle locale, sous chargement mixte, le processus de rupture dans la pâte de ciment et au niveau de l'interface en utilisant l'approche des zones cohésives.

### IV.3.1 Modélisation des essais de flexion trois points

#### IV.3.1.1 Choix des géométries et du schéma numérique

Le chargement de l'éprouvette se fait expérimentalement au contact de trois appuis du banc d'essai de flexion. Le contact entre l'éprouvette et ces trois points d'appui n'est pas garanti tout au long de l'essai. En effet, la rupture de l'éprouvette peut être auto-entretenue ou les points d'appui peuvent perdre le contact avec l'éprouvette et, donc, ne plus lui apporter d'énergie mécanique. Il est donc essentiel de prendre en compte ces trois points d'appui au cours de la simulation du comportement à la rupture des éprouvettes. Ces trois points d'appui sont modélisés par des demi-disques (de diamètre 4 mm) avec une taille de maille éléments finis de 0,1 mm.

Des conditions aux limites de type Dirichlet sont appliquées sur les demi-disques. La Figure IV.11 montre la géométrie utilisée et les conditions aux limites retenues. La taille caractéristique du maillage de l'éprouvette est  $L_m = 0,2 \text{ mm}$  (maillage de Delaunay à interpolation linéaire).

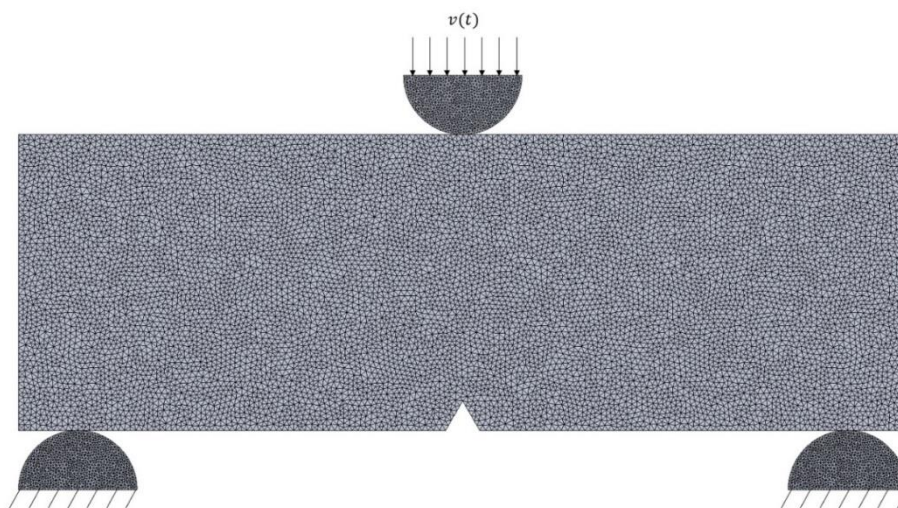


Figure IV.11 Illustration de la géométrie maillée d'une éprouvette de pâte de ciment pré-entaille en flexion trois points et des conditions aux limites imposées au niveau des appuis (taille caractéristique du maillage de l'éprouvette  $L_m = 0,2 \text{ mm}$ ).

- **Vitesse de chargement**

La vitesse de chargement  $v_{max}$  croît au cours du temps en suivant une rampe à une accélération  $\gamma_c$  constante :

$$v(t) = \begin{cases} \gamma_c t & \text{si } \gamma_c t < v_{max} \\ v_{max} & \text{si } \gamma_c t > v_{max} \end{cases} \quad (IV.1)$$

avec  $v_{max} = 10^{-2} \text{ mm/s}$ , ce qui correspond à la vitesse de chargement imposée expérimentalement. Le choix de  $\gamma_c$  doit permettre une charge quasi-statique avant la rupture tout en maintenant un temps de calcul raisonnable. Pour réduire le temps de calcul, l'accélération de chargement  $\gamma_c$  doit être choisie aussi grande que possible. En suivant [148], la valeur  $\gamma_c = 20 \text{ m/s}^2$  est retenue.

- **Géométrie du point de chargement**

L'influence de la géométrie du point de chargement supérieur est étudiée sur la réponse mécanique et le faciès de fissuration d'une éprouvette pâte de ciment pré-entaillée. Deux calculs sont ainsi effectués avec des appuis de géométries différentes pour obtenir un contact ponctuel et proche des conditions aux limites imposées expérimentalement (voir Figure IV.12) :

- le premier a une forme circulaire comme déjà présenté,
- le second a une forme pointue, comme illustrée sur la Figure IV.12, avec une géométrie plus proche de la forme de l'appui expérimental (voir Figure IV.12(c)). La taille de maille est identique, à savoir 0,1mm.

Les Figure IV.13 et Figure IV.14 donnent les réponses mécaniques et les faciès de rupture obtenus pour les deux géométries d'appuis. Ces résultats montrent que la réponse mécanique est peu impactée, avec des iso-valeurs du champs de déplacement  $U_y$  similaires et un chemin de fissuration quasi-rectiligne.

Il est cependant observé que l'appui de forme pointue conduit à une réponse mécanique qui diffère légèrement de celle obtenue avec la forme circulaire, avec un temps de calcul similaire.

**La forme circulaire de l'appui supérieur est retenue** pour la suite des simulations numériques sur éprouvettes de pâte de ciment et composites.

Comme le temps de calculs numériques avec une modélisation CZM est particulièrement coûteux, une modélisation bidimensionnelle en déformations planes est privilégiée avec une parallélisation du calcul en mémoires réparties sur plusieurs dizaines de processeurs (voir Figure IV.15). Des éléments cohésifs sont introduits entre les mailles de la pâte de ciment, l'interface pâte de ciment/granulat et aussi dans les granulats.

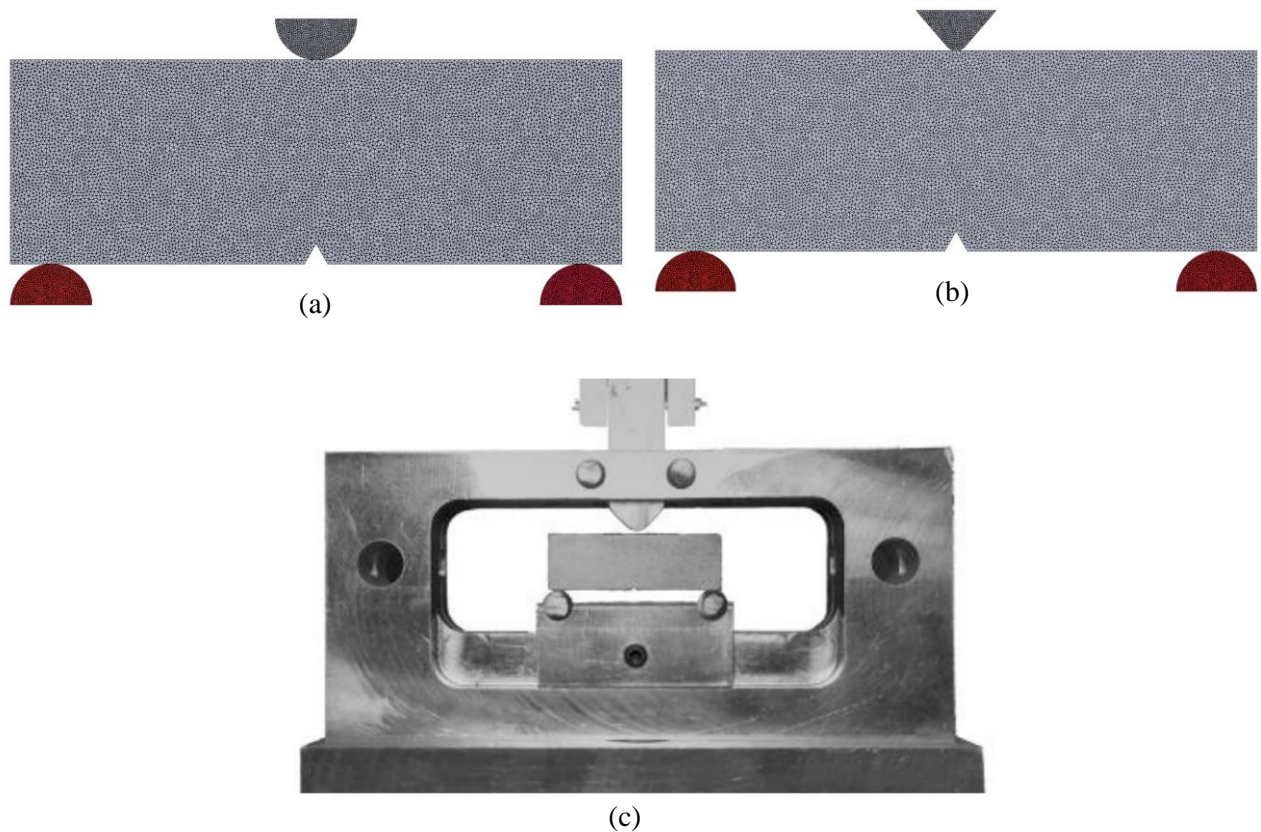


Figure IV.12 Géométries d'appuis testées : (a) forme circulaire ; (b) forme pointue et (c) dispositif expérimental.

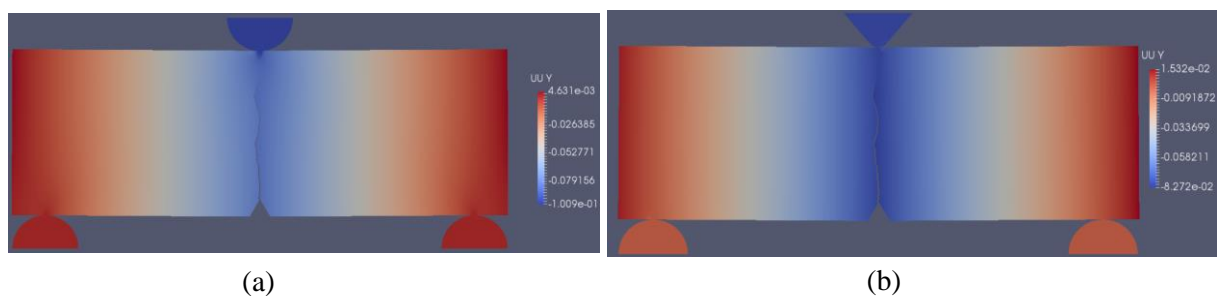


Figure IV.13 Illustrations des champs de déplacements verticaux (en mm) pour les essais de flexion trois points sur des échantillons de pâte de ciment pré-entailés avec : (a) appui circulaire ; (b) appui pointu.

Les maillages des échantillons (pâte de ciment et composite) sont créés à l'aide du « GMSH <sup>2</sup> ». Un maillage homogène de type Delaunay est choisi. Les faciès de rupture théoriques sont incorporés dans la distribution des processeurs sur le maillage afin de réduire le problème de la dépendance de la trajectoire des fissures par rapport à la topologie du maillage. Pour cela, 27 processeurs sont utilisés sur

<sup>2</sup> <https://gmsht.info/#Documentation>

l'éprouvette de pâte de ciment pré-entailée et 23 processeurs sur l'éprouvette composite ciment/granulat. Le découpage et la répartition des processeurs sont illustrés sur la Figure IV.15.

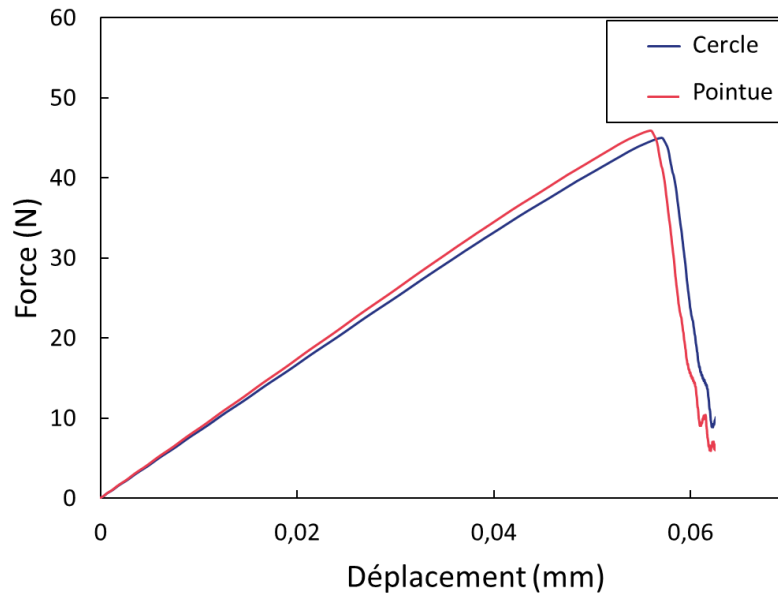


Figure IV.14 Comparaison des réponses mécaniques force/déplacement des essais de flexion trois points sur des échantillons de pâte de ciment pré-entailés avec une géométrie d'appuis différente.

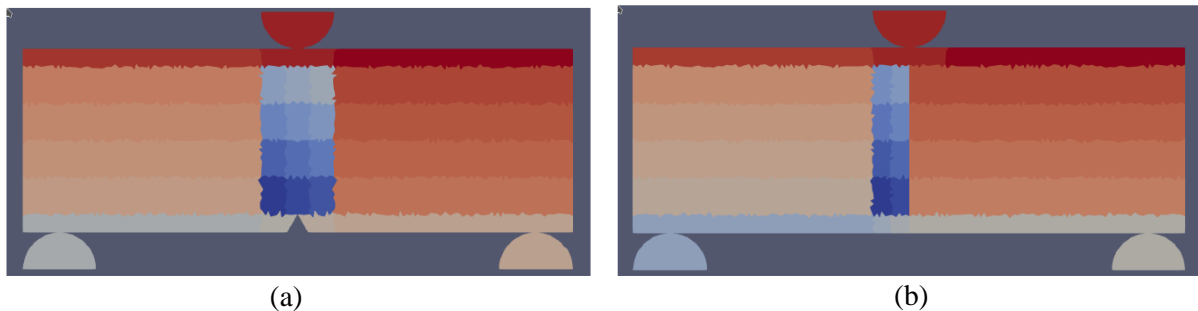


Figure IV.15 Répartition des processeurs pour une parallélisation en mémoire distribuée : (a) Utilisation de 27 processeurs sur l'éprouvette de pâte de ciment pré-entailée ; (b) Utilisation de 23 processeurs sur l'éprouvette composite ciment/granulat.

- **Schéma d'intégration temporelle**

Le caractère adoucissant des modèles cohésifs nécessite dans l'approche NSCD l'utilisation de pas de temps très petit (de l'ordre de  $10^{-8}$  s). Ces valeurs très faibles incitent à retenir un intégrateur temporel explicite pour la suite des calculs présentés dans ce mémoire.

### IV.3.1.2 Choix du pas de temps et de la taille de maille

En suivant Delaume [60] et par respect de la condition CFL de stabilité (Courant–Friedrichs–Lewy) un pas de temps de  $10^{-8}$  s est choisi.

Pour l'étude de la convergence et de la sensibilité au maillage, les calculs sont effectués pour la pâte de ciment avec un pas de temps de  $10^{-8}$  s, une accélération de chargement initiale  $\gamma_c = 20 \text{ m/s}^2$  et une vitesse de chargement maximale  $v_{max} = 10^{-2} \text{ mm/s}$ , permettant des calculs rapides et des champs mécaniques avant rupture similaires à ceux obtenus lors d'un chargement quasi-statique. Trois tailles de mailles caractéristiques sont étudiées :  $L_m = 0,2 ; 0,3$  et  $0,4 \text{ mm}$  (la Table IV.2).

Les raideurs cohésives initiales,  $C_N$  et  $C_T$ , sont choisies selon les critères de convergence numérique de Blal [34] présenté en (II.3.2.2) utilisés ici dans une version qui en pratique assure que la présence des zones cohésives modifie de moins de 5 % la raideur apparente de la structure (Eq. (IV.2)) :

$$(C_N, C_T) = \begin{cases} \frac{C_N L_m}{E} \geq 23 \left( \frac{1}{3(1-2\nu)} \right) \\ \frac{C_N}{C_T} = 2 \left( \frac{1-2\nu}{1+3\nu} \right) \end{cases} \quad (\text{IV.2})$$

ou  $L_m$  est la longueur de maille et  $\nu$  est le coefficient de Poisson.

	$L_m$ (mm)	Nb. d'éléments	$C_N$ (Pa/mm)	$C_T$ (Pa/mm)	Nb. procs.
Pâte de Ciment	0,2	25044	$3,83 \times 10^{12}$	$5,1 \times 10^{12}$	27
	0,3	14032	$2,55 \times 10^{12}$	$3,4 \times 10^{12}$	
	0,4	10136	$1,91 \times 10^{12}$	$2,54 \times 10^{12}$	

Table IV.2 Tailles caractéristiques du maillage considérées pour l'étude de la sensibilité au maillage sur l'essai de flexion trois points sur pâte de ciment.

La Table IV.3 donne les forces à rupture mesurées sur les échantillons de pâte de ciment pré-entaillées pour chaque maillage. Ces résultats montrent que la force à rupture  $F_{rupt}$  est peu impactée par le changement de discrétisation. Des fluctuations de  $F_{rupt}$  inférieures à 2% ont été obtenues entre les différents calculs sur la pâte de ciment. De plus, les temps  $T_{CPU}$ , associés aux différents maillages, sont compatibles avec les campagnes numériques qui doivent être conduites dans ce travail.

La Figure IV.16 confirme cette similarité des résultats des calculs pour les différents maillages. Il est cependant à noter que plus le maillage est grossier, plus la résistance apparente de l'éprouvette est élevée.

Cependant, une différence des faciès de fissuration est observée pour les différents maillages testés (voir Table IV.4). Ces propagations montrent une légère dépendance des trajets de fissuration à la morphologie du maillage qui n'est pas considérée comme pénalisante dans ce travail et qui doit être moins prononcée dans le cas de milieux hétérogènes.

	$L_m$ (mm)	$F_{rupt}$ (N)	$T_{CPU}$ (heures : minutes)
Pâte de Ciment	0,2	12,87	43 : 28
	0,3	13,10	32 : 45
	0,4	13,22	28 : 13

Table IV.3 Résultats des calculs de convergence au maillage sur l'essai de flexion trois points sur les échantillons de pâte de ciment pré-entaillés.

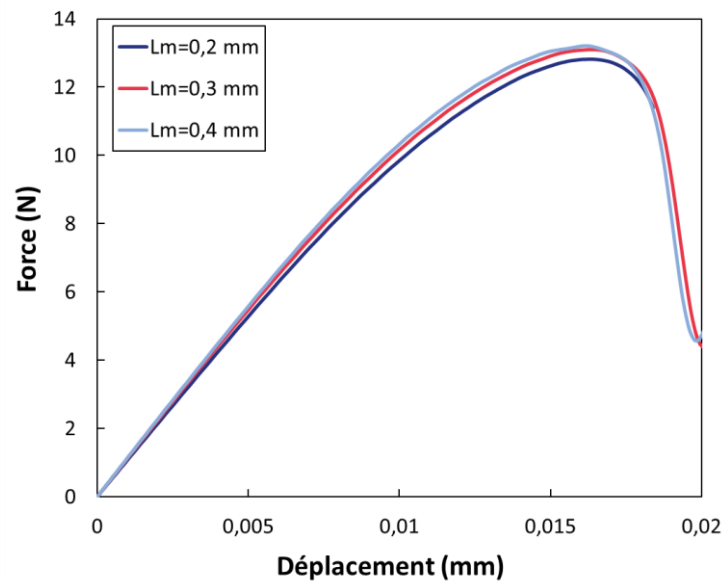
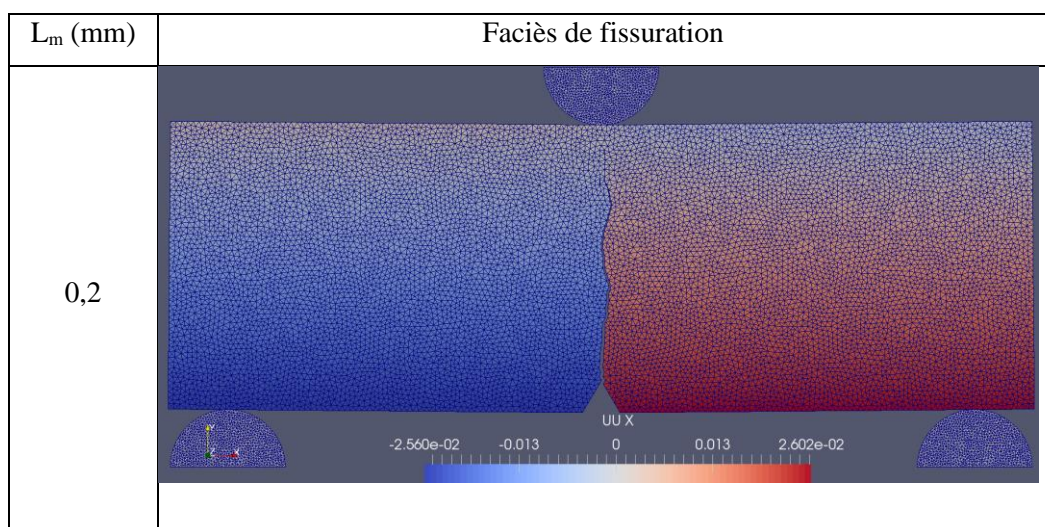


Figure IV.16 Calculs de convergence au maillage : réponses mécaniques obtenues sur les essais de flexion trois points sur des échantillons de pâte de ciment pré-entaillés.



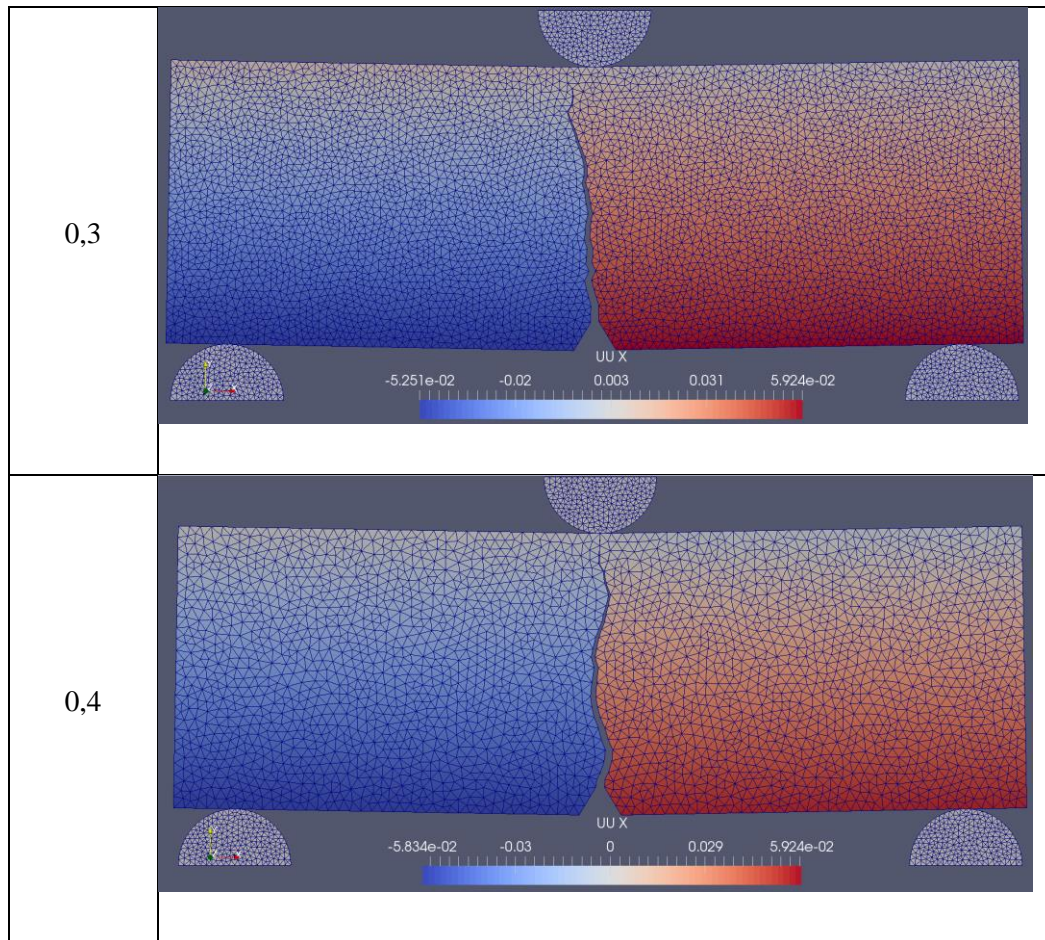


Table IV.4 Faciès de fissuration obtenus par simulations numériques sur la pâte de ciment pré-entallée en fonction du maillage des éprouvettes. Une amplification des déformations a été faite pour faciliter la détection de la fissure.

### IV.3.1.3 Approche cohésive à trois phases

Présentés dans les parties IV.2.1 et IV.2.2, les essais expérimentaux réalisés à l'échelle locale, ont montré des faiblesses de la zone de contact entre la pâte de ciment et le granulat ; confirmant des propriétés mécaniques de l'interface différentes de celles de la pâte de ciment. Ces propriétés semblent avoir un impact significatif sur les caractéristiques mécaniques du béton et sur les initiations des fissures (dans les zones les plus fragiles du béton).

Cette différence de propriétés entre l'interface et la pâte de ciment a été prise en compte dans les simulations numériques où des propriétés mécaniques et cohésives sont attribuées différemment à l'interface et à la pâte de ciment. Pour ces simulations, trois comportements mécaniques sont pris en compte pour dissocier les trois phases (pâte de ciment, interface et granulat). Ces comportements sont gérés en introduisant, pour chaque phase, une loi cohésive surfacique spécifique entre deux éléments de maillage. La Figure IV.17 schématise le découpage des trois lois surfaciques. Le contact entre une maille de pâte de ciment et une maille de granulat représente l'interface, avec des paramètres cohésifs d'interface spécifiques. Des paramètres élastiques et cohésifs sont nécessaires pour décrire le comportement mécanique de la pâte de ciment et du granulat.



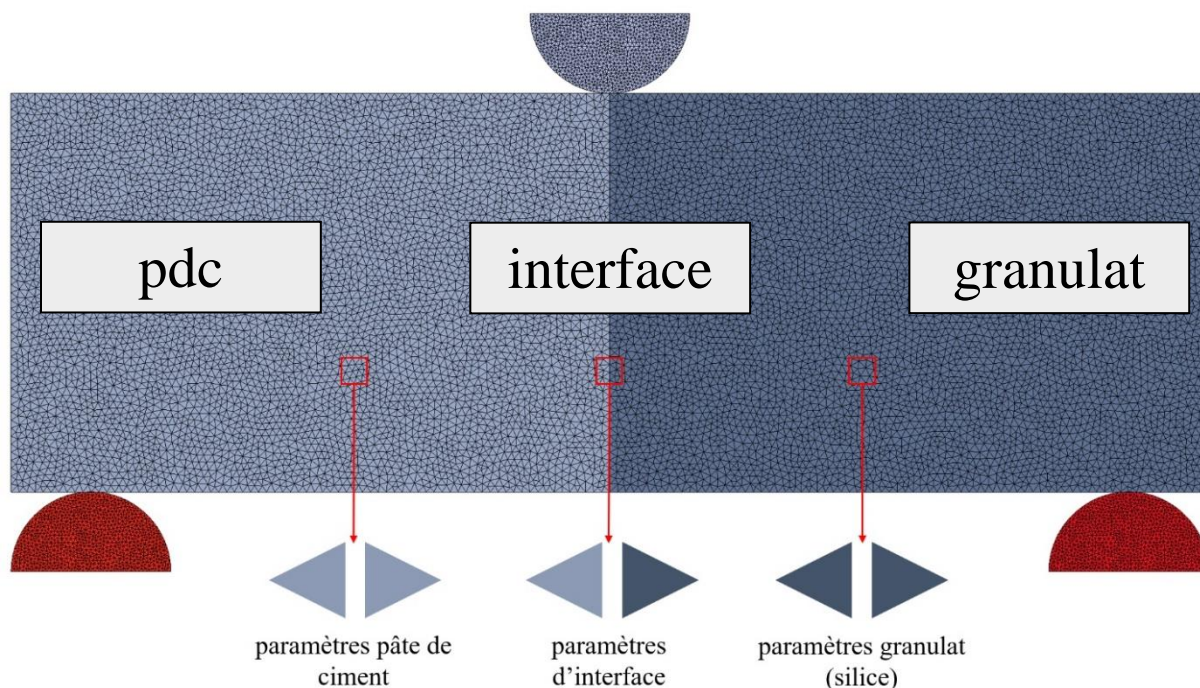


Figure IV.17 Introduction des interfaces cohésives sur le maillage éléments finis des éprouvettes composites en flexion trois points ( $L_m = 0,2 \text{ mm}$ ).

La Table IV.5 résume les différents paramètres élastiques et cohésifs nécessaires pour modéliser les éprouvettes de pâte de ciment pré-entallée et composite.

	Paramètres élastiques		Paramètres cohésifs*					
<b>pdc</b>	E (GPa)	$\nu^{pdc}$	$C_N^{pdc}$	$\sigma_N^{pdc}$	$w_N^{pdc}$	$C_T^{pdc}$	$\sigma_T^{pdc}$	$w_T^{pdc}$
<b>Interface</b>	-	-	$C_N^{int}$	$\sigma_N^{int}$	$w_N^{int}$	$C_T^{int}$	$\sigma_T^{int}$	$w_T^{int}$
<b>Granulat</b>	E (GPa)	$\nu^{granulat} = \nu^{pdc}$	$C_N^G$	$\sigma_N^G$	$w_N^G$	$C_T^G$	$\sigma_T^G$	$w_T^G$

Table IV.5 Tableau des différents paramètres élastiques et cohésifs à identifier pour modéliser chaque phase des échantillons (\* Les contraintes cohésives ( $\sigma_N^{pdc}$ ,  $\sigma_T^{pdc}$ ) et ( $\sigma_N^{int}$ ,  $\sigma_T^{int}$ ) sont estimées expérimentalement (cf. IV.2). Les raideurs cohésives ( $C_N$ ,  $C_T$ ) sont initialement fixées par les critères de Blal [34] (Eq. (IV.2)). Les énergies cohésives ( $w_N^{pdc}$ ,  $w_T^{pdc}$ ) et ( $w_N^{int}$ ,  $w_T^{int}$ ) sont calibrées en se basant sur les données expérimentales de ces essais de flexions trois points).

#### IV.3.1.4 Bilan

L'étude paramétrique présentée dans cette partie a permis de fixer les paramètres numériques pour modéliser le comportement en mode mixte des éprouvettes de ciment pré-entallées et des éprouvettes composites ciment/silice en flexion trois points. Ces différents choix des paramètres numériques sont résumés dans la Table IV.6.

	Pâte de ciment	Composite (Interface)
--	----------------	-----------------------

Nb. Procs.	27	23
Temps de calcul moyen ( <i>heures</i> )	49	60
$L_m$ ( <i>mm</i> )	0,2	
Pas de temps $dt$ ( <i>s</i> )	$10^{-8}$	
$\gamma_c$ ( $m/s^2$ )	20	
$v_{max}$ ( $\mu m/s$ )	10	
$C_N$ ( <i>Pa/m</i> )	$3,83 \times 10^{15}$	
$C_T$ ( <i>Pa/m</i> )	$5,1 \times 10^{15}$	

Table IV.6 Tableau récapitulatif des différents paramètres numériques utilisés pour la modélisation de la fissuration en flexion trois points des éprouvettes de ciment pré-entaillées et des éprouvettes composites.

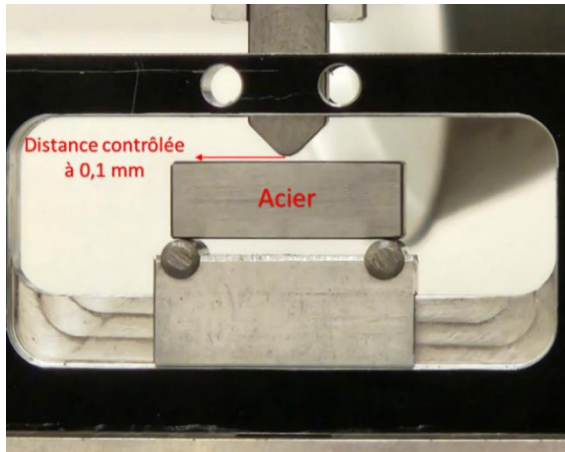
### IV.3.2 Correction des courbes expérimentales en deux étapes

L'identification d'une partie des paramètres du modèle numérique (raideurs et énergies cohésives) est basée sur les résultats expérimentaux des essais de flexion trois points « centrée » et « excentrée » réalisés sur des éprouvettes composites avec interface inclinée et des éprouvettes pâte de ciment pré-entaillé respectivement. Cette identification est obtenue par une calibration numérique/expérimentale des courbes des réponses mécaniques pour différents rapports de mixité. Cependant, les courbes expérimentales présentent une non-linéarité en début d'application du chargement, ce qui correspond à la mise en charge de l'échantillon.

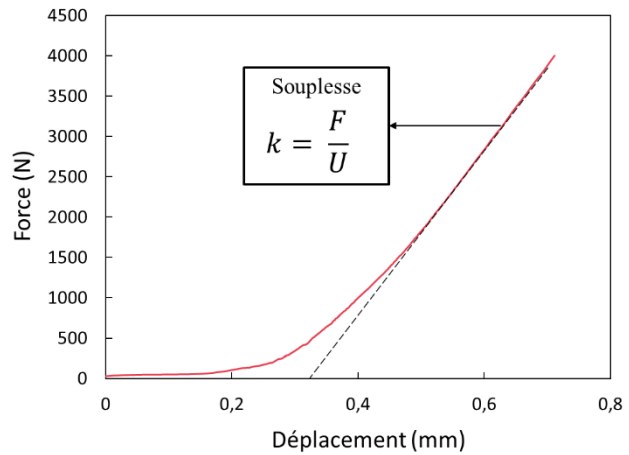
#### IV.3.2.1 Élimination de la souplesse du dispositif

Pour la correction des courbes expérimentales, l'essai de flexion trois points sur une éprouvette en acier est réalisé avec les mêmes dimensions et conditions que sur une éprouvette de pâte de ciment ou composite. La distance entre l'appui de chargement et l'éprouvette a été contrôlée à  $0,1 \text{ mm}$  à l'aide des pièces d'étalonnage, comme montré sur la Figure IV.18(a). Cet essai permet de prendre en compte la souplesse de la machine des essais.

La ligne tangente à la courbe de la réponse mécanique de l'essai de flexion sur l'éprouvette en acier est tracée pour calculer le facteur de souplesse de la machine MTS. Cette tangente s'aligne sur la partie droite de la courbe rouge d'essai (voir Figure IV.18(b)). La pente de cette tangente indique la souplesse de la machine, notée  $k$ , et sa valeur est estimée à  $9230 \text{ N/mm}$ .



(a)



(b)

Figure IV.18 Essai de flexion trois points sur une éprouvette en acier (dimension  $1 \times 1 \times 3 \text{ cm}^3$ ) : (a) Dispositif de l'essai ; (b) Calcul de la souplesse de la machine sur la courbe expérimentale de l'essai de flexion avec la courbe noire en pointillée (courbe tangente à la réponse mécanique).

#### IV.3.2.2 Ajustement des courbes expérimentales

La correction des courbes expérimentales des essais de flexion trois points sur les éprouvettes est réalisée en deux étapes. La Figure IV.19 permet de visualiser chacune d'elles :

1. L'effet de la souplesse de la machine des courbes expérimentales est retranché. Pour cela, on suppose que le déplacement de la traverse  $U$  détecté par la machine se décompose en deux parties :

$$U = u + u' \quad (\text{IV.3})$$

où  $u$  représente le déplacement du point de contact entre l'appui et l'éprouvette et  $u'$  le déplacement additionnel dû à la souplesse de la machine et qui est égal à  $\frac{F}{k}$  (où  $F$  est la force appliquée) :

$$u = U - \frac{F}{k} \quad (\text{IV.4})$$

La courbe corrigée  $F$  est tracée en fonction de  $u$ , sous la dénomination « correction 1 ».

2. On trace la ligne tangente à la courbe expérimentale corrigée des essais de flexion trois points qui passe par la force à la rupture et croise l'axe horizontal avec une valeur de déplacement non nulle. La courbe est ensuite déplacée jusqu'à ce qu'elle passe par l'origine en supprimant le déplacement au début de la phase de chargement, correspondant à la distance laissée entre l'appui de chargement et l'éprouvette. Ceci porte le nom de « correction 2 ».

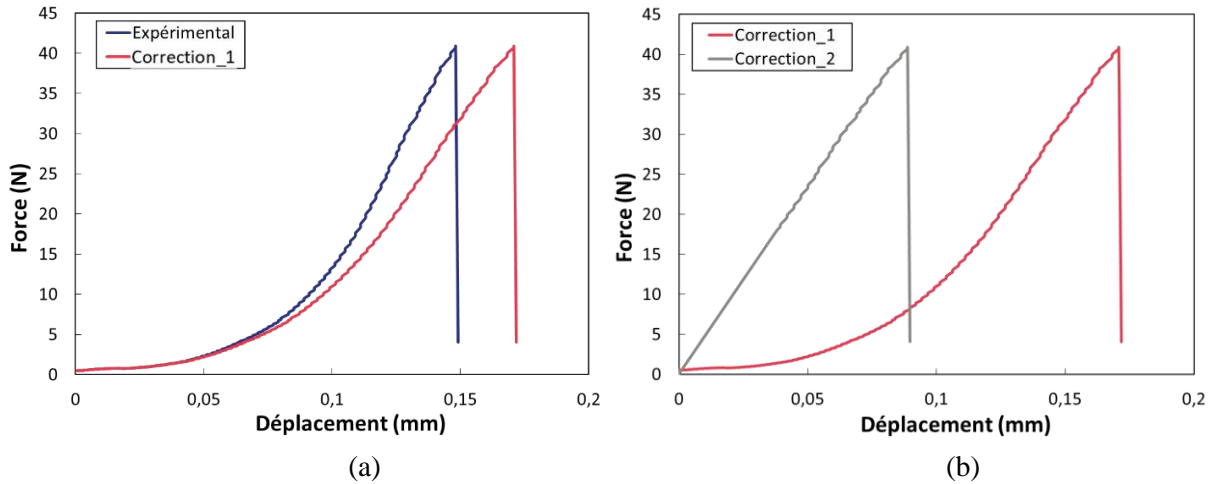


Figure IV.19 Étapes de correction des courbes expérimentales des essais de flexion 3 points sur matériaux cimentaires : (a) Retirer l'effet de la souplesse de la machine ; (b) Correction de la mise en place de l'échantillon.

Un comportement fragile est obtenu, avec une pente linéaire dans la phase pré-pic. Par la suite, ces corrections sont appliquées à l'ensemble des réponses mécaniques expérimentales des essais de flexion trois points « centrée » et « excentrée ».

### IV.3.3 Essai de flexion trois points « excentrée » sur des échantillons de pâte de ciment

Cette section porte sur l'étude expérimentale et numérique du comportement mécanique des éprouvettes de pâte de ciment soumises à des chargements mixtes. Comme indiqué précédemment, des essais de flexion trois points avec un chargement excentrique sont réalisés, avec quatre valeurs d'excentricité (voir Figure IV.20). En même temps, des simulations numériques de ces essais sont réalisées afin de déterminer les paramètres du modèle cohésif ( $C_i, \sigma_i, w_i$ ) .

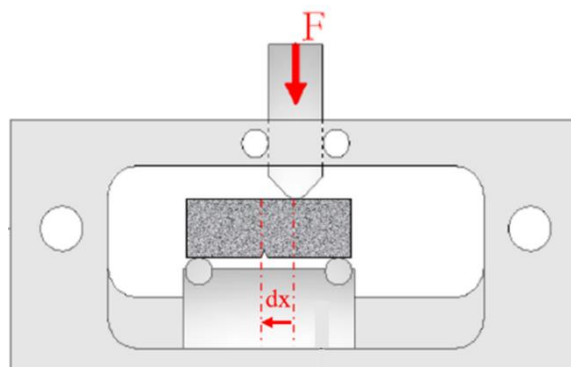


Figure IV.20 Essai de flexion trois points « excentrée » réalisé sur des échantillons de pâte de ciment avec une pré-entaille.

### IV.3.3.1 Construction du maillage

Le maillage des éprouvettes de pâte de ciment utilise les caractéristiques fixées dans la section IV.3.1.2 ; à savoir une taille de maille  $L_m$  de 0,2 mm (et une taille de 0,1 mm pour les trois points d'appuis). Rappelons que l'excentricité  $dx$  est la distance entre le point d'application du chargement et l'axe central de l'éprouvette. Quatre valeurs de  $dx$  sont testées expérimentalement et numériquement :  $dx$  égale à 0mm (chargement centré) ; 2,5 ; 5 et 7,5 mm. Les maillages correspondants sont illustrés sur la Figure IV.21.

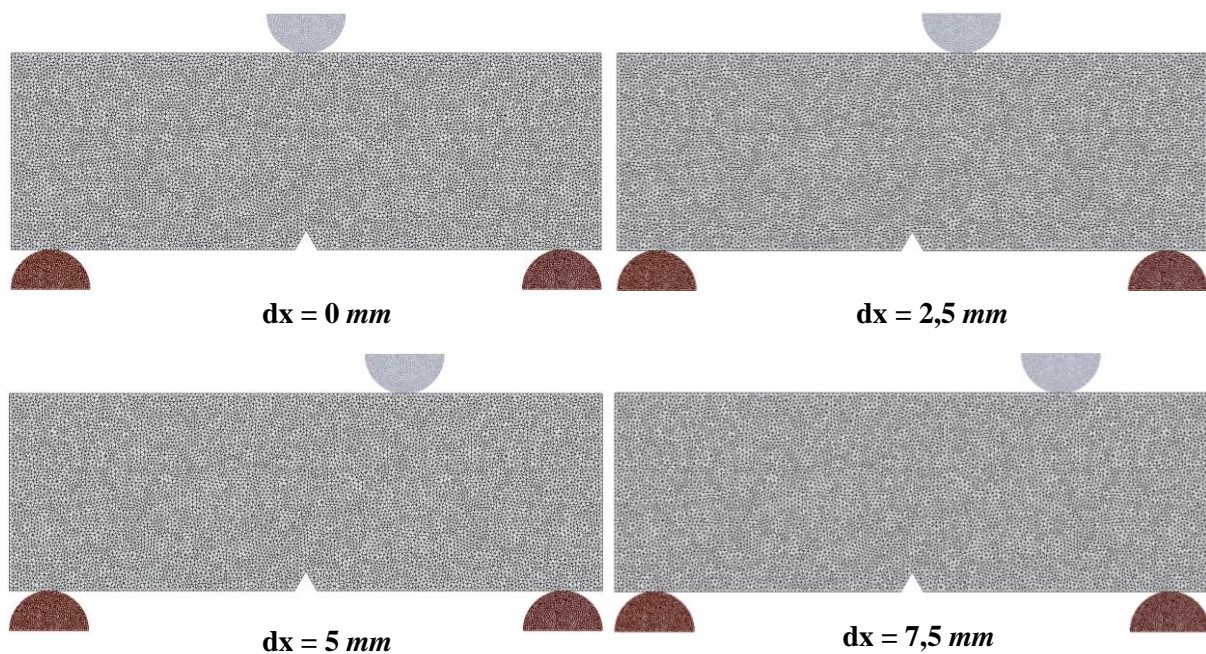


Figure IV.21 Maillages des échantillons de pâte de ciment en fonction des quatre excentricités  $dx$  ( $L_m = 0,2 \text{ mm}$ ).

### IV.3.3.2 Paramètres élastiques et cohésifs

Les paramètres numériques décrivant le comportement mécanique des éprouvettes de pâte de ciment pré-entaillées sont :

- Les paramètres d'élasticité linéaire isotrope : le module d'Young  $E^{pdc}$  et le coefficient de Poisson  $\nu^{pdc}$  ;
- Les paramètres cohésifs :
  - En mode normal : la contrainte cohésive critique  $\sigma_N^{pdc}$  et l'énergie cohésive  $w_N^{pdc}$  ;
  - En mode tangentiel : la contrainte cohésive critique  $\sigma_T^{pdc}$  et l'énergie cohésive  $w_T^{pdc}$  .
- **Paramètres élastiques**

Concernant **les paramètres élastiques de la pâte de ciment**, son module d'Young  $E^{pdc}$  est estimé entre 10 et 25 GPa [204]. Cette valeur dépend de la classe de ciment et du rapport E/C utilisé dans la

formulation de la pâte de ciment. Des simulations numériques sont menées pour différentes valeurs de  $E \in [12, 25] \text{ GPa}$  à maillage fixé en considérant un calcul purement élastique, sans introduction des zones cohésives. La comparaison des réponses mécaniques numériques force/allongement avec les résultats expérimentaux a permis d'identifier un **module d'Young à 20 GPa**. En revanche, le changement de valeurs du coefficient de Poisson  $\nu^{pdc}$  (entre 0,2 et 0,3) n'a eu aucun impact sur les réponses mécaniques des simulations numériques. Dans la suite, **une valeur de 0,2 est retenue pour le coefficient de Poisson  $\nu^{pdc}$** .

- **Paramètres cohésifs**

Les contraintes cohésives normales  $\sigma_N$  et tangentielles  $\sigma_T$  sont estimées expérimentalement à partir des résultats des essais de traction et de cisaillement directs (voir section IV.2). Le reste des paramètres cohésifs normaux ( $C_N, w_N$ ) sont calibrés par rapport aux résultats expérimentaux des essais de flexion trois points centrée (cas  $dx = 0 \text{ mm}$ ). Les paramètres cohésifs tangentiels ( $C_T, w_T$ ) sont calibrés par rapport aux résultats expérimentaux des essais de flexion trois points excentrée, avec une excentricité  $dx$  égale à  $2,5 \text{ mm}$ . Les essais de flexion trois points excentrés à  $dx = 5 \text{ mm}$  et  $dx = 7,5 \text{ mm}$  servent à la validation.

- **Synthèse des paramètres**

La Table IV.7 résume les paramètres d'entrées élastiques et cohésifs retenus pour les modélisations du comportement mixte des éprouvettes saine de pâte de ciment sous flexion trois points « excentrée ».

	Paramètres élastiques		Paramètres cohésifs					
	$E$ (GPa)	$\nu$	$C_N$ (MPa/m)	$\sigma_N$ (MPa)	$w_N$ (J/m <sup>2</sup> )	$C_T$ (MPa/m)	$\sigma_T$ (MPa)	$w_T$ (J/m <sup>2</sup> )
<b>pdc</b>	20	0,2	$7,7 \times 10^{11}$	3,1	20	$9,8 \times 10^{11}$	6,5	60
<b>Acier</b>	210	0,3	-	-	-	-	-	-

Table IV.7 Paramètres élastiques et cohésifs considérés pour la modélisation du comportement en mode mixte des éprouvettes de pâte de ciment pré-entaillées sous flexion trois points « excentrée ».

Les comparaisons essais/simulations sont données sur la Figure IV.22. Pour une même excentricité, une dispersion du comportement mécanique en flexion trois points est observée expérimentalement, en termes de dispersion de la pente, et de la force max. Cette dispersion peut s'expliquer par une variabilité des conditions aux limites réellement imposées, une géométrie fluctuante des éprouvettes ou des comportements mécaniques différents. La géométrie et les conditions aux limites sont ici réalisées expérimentalement avec une grande précision et minutie. Par conséquent, les dispersions des réponses mécaniques observées sont majoritairement dues à des fluctuations du comportement mécanique,

attribué à l'hétérogénéité de la pâte de ciment, qui présente une porosité importante. Sur des clichés 3D de tomographie de la pâte de ciment, la porosité est estimée entre 3 et 5% du volume de la pâte (voir VI.2.3). La présence de ciment anhydre non hydraté peut également modifier le comportement de l'échantillon. Pour toutes les excentricités, la cohérence entre les résultats numériques et les réponses expérimentales semble satisfaisante.

La comparaison essais/simulations chiffrée pour la force à la rupture est regroupée dans la Table IV.8. La Figure IV.23(a) présente la superposition des quatre réponses mécaniques numériques force/déplacement de la pâte de ciment soumise à l'essai de flexion trois points excentrée. On constate que la résistance à la rupture ainsi que l'énergie de fissuration des éprouvettes deviennent plus importantes à mesure que l'excentricité du point du chargement augmente. La Figure IV.23(b) montre une évolution similaire expérimentalement et numériquement des forces à rupture en fonction de l'excentricité avec des valeurs comparables. Ces résultats montrent que **le modèle CZM proposé prédit de façon adéquate la résistance des éprouvettes de pâte de ciment saine à l'échelle locale.**

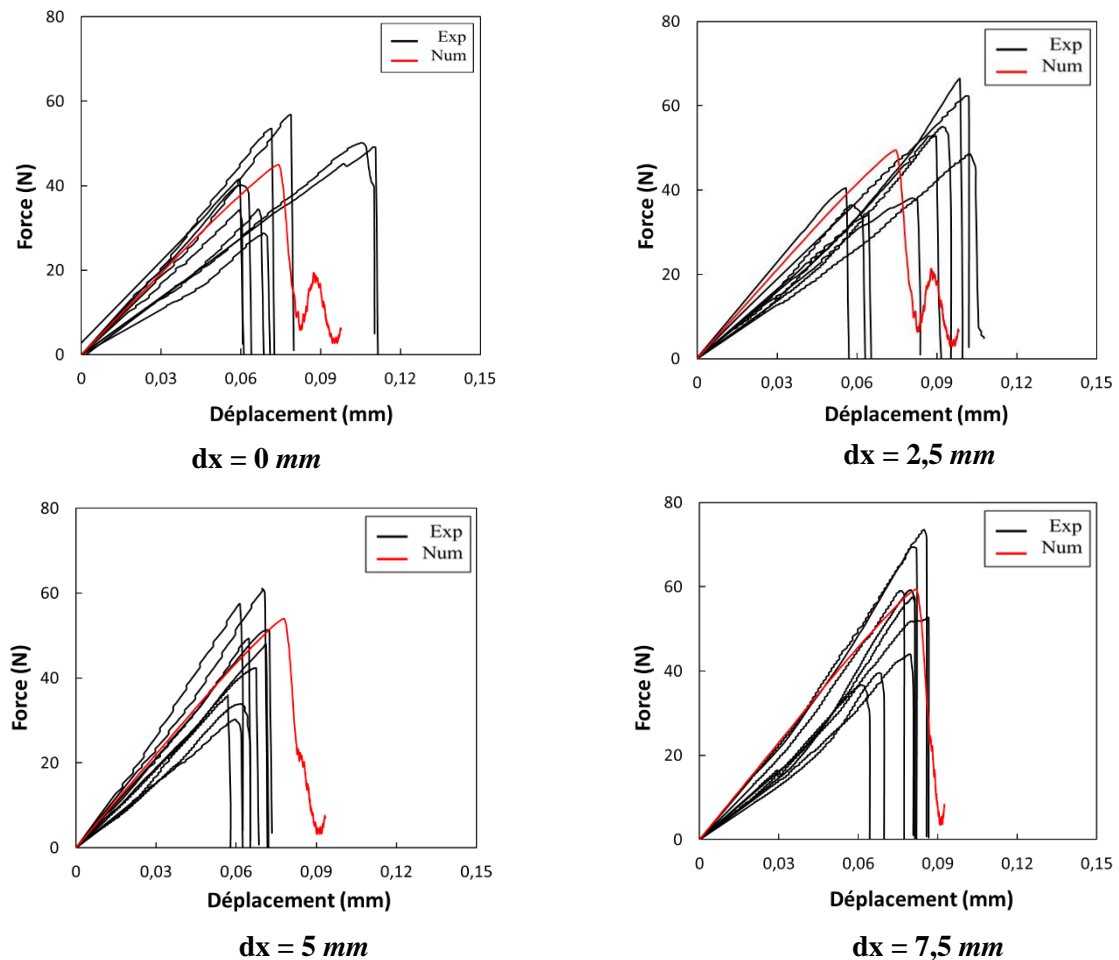


Figure IV.22 Courbes expérimentales (noires) et numériques (rouges) des forces/déplacements des éprouvettes de pâte de ciment en flexion trois points « excentrée » pour différentes excentricités  $dx$ .

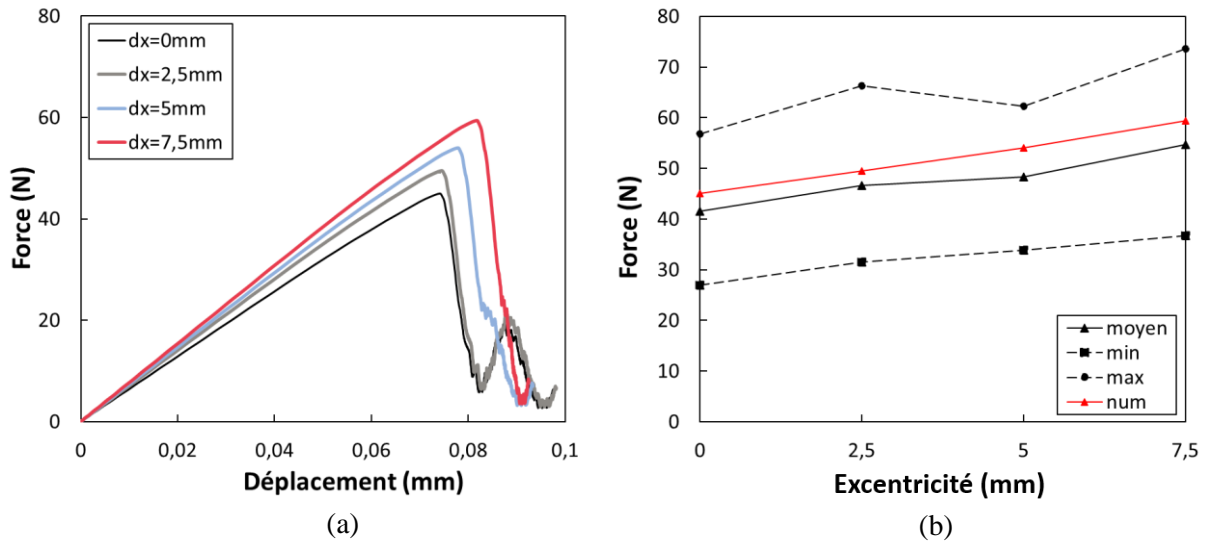


Figure IV.23 (a) Courbes force/déplacement obtenues numériquement sur les éprouvettes de pâte de ciment soumises à l'essai de flexion trois points excentrée ; (b) Résultats expérimentaux et prédictions numériques de l'évolution de la résistance à la rupture en fonction de l'excentricité.

Il est à noter que ces résultats sont en bon accord avec les conclusions de Y.S. Jenq [129] et de Kazemi [134]. Ces derniers ont étudié la rupture en mode mixte des poutres en béton soumises à un essai de flexion trois points avec une charge centrée et différentes positions de l'entaille afin de jouer sur le rapport de mixité de chargement. Ils confirment qu'expérimentalement, lorsque la distance entre la ligne centrale de l'échantillon et l'emplacement de l'entaille augmente (ratio d'excentricité noté  $\gamma$ ), la charge maximale augmente également (voir Figure IV.24(a)). Xu et al. [262] ont confirmé numériquement cette tendance. Ils ont montré que le modèle de zone cohésive régularisée par champs de phase (PF-CZM), permet de prédire l'augmentation de la résistance des échantillons avec le ratio d'excentricité  $\gamma$  observé expérimentalement (voir Figure IV.24(b)).

Éprouvette	Excentricité dx (mm)			
	0	2,5	5	7,5
1	27,02	62,35	49,28	73,61
2	40,17	52,75	57,42	59,08
3	28,68	66,35	51,42	43,97
4	56,80	38,11	61,10	69,36
5	34,43	48,47	42,35	39,60
6	34,14	36,45	33,90	59,21
7	50,15	34,95	47,94	52,66
8	53,43	55,07	35,97	57,51
9	41,46	40,36	41,91	36,71



10	49,16	31,57	62,21	54,85
<b>Moyenne (N)</b>	<b>41,54</b>	<b>46,64</b>	<b>48,35</b>	<b>54,65</b>
Max. (N)	56,8	66,35	62,21	73,61
Min.(N)	27,02	31,57	33,90	36,71
<b>Numérique (N)</b>	<b>45,01</b>	<b>49,51</b>	<b>54,01</b>	<b>59,41</b>

Table IV.8 Force à rupture pour dix échantillons testés par excentricité, leurs moyennes expérimentales et leurs prédictions numériques.

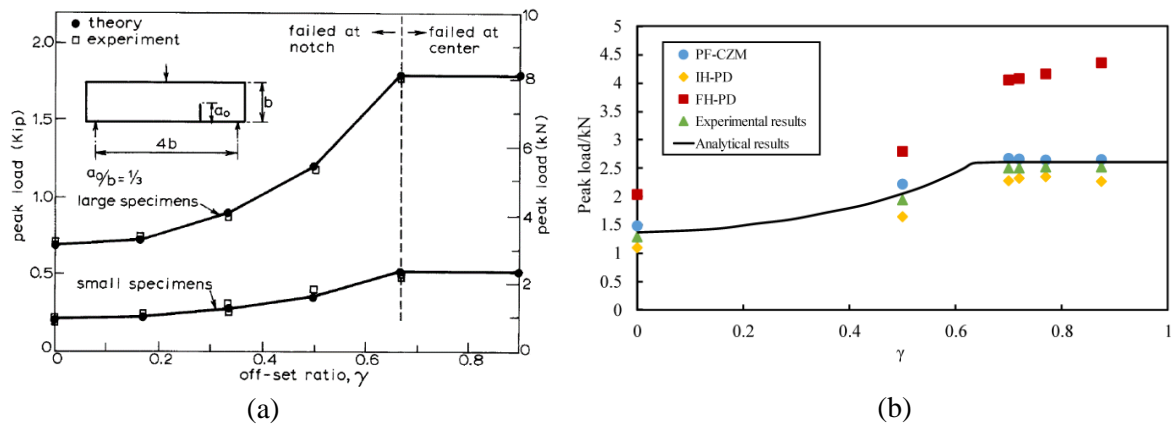


Figure IV.24 Comparaison des forces à rupture expérimentales et des prédictions théoriques à l'aide d'un modèle de rupture à deux paramètres pour différents rapports de décentrage  $\gamma$  (a) [129] et (b) [134].

### IV.3.3.3 Analyse des faciès de rupture

La propagation numérique de la fissure dans les éprouvettes de ciment sous flexion trois points excentrée est présentée dans la Figure IV.25, pour les différentes excentricités. Ces résultats permettent de visualiser les chemins de la fissuration et les champs de déplacements verticaux.

Pour un chargement centré, la fissure s'initie au niveau de l'entaille et se propage au sein de l'échantillon, dans la direction du point de chargement : une rupture plane en mode I se produit dans l'éprouvette.

La propagation se fait en mode mixte pour  $dx$  égal à 2,5 mm et 5 mm : la fissure commence également au niveau de l'entaille et se propage dans la direction du point d'application de la charge externe (F), avec une bifurcation plus ou moins prononcée.

En revanche, pour une excentricité plus grande ( $dx=7,5$  mm), la fissure ne s'initie plus à partir de l'entaille, mais à partir du bord inférieur de l'échantillon, sur le même plan vertical que le point d'application de la charge. La propagation de fissure est de type mode I mais sans pré-fissure pour l'amorçage.

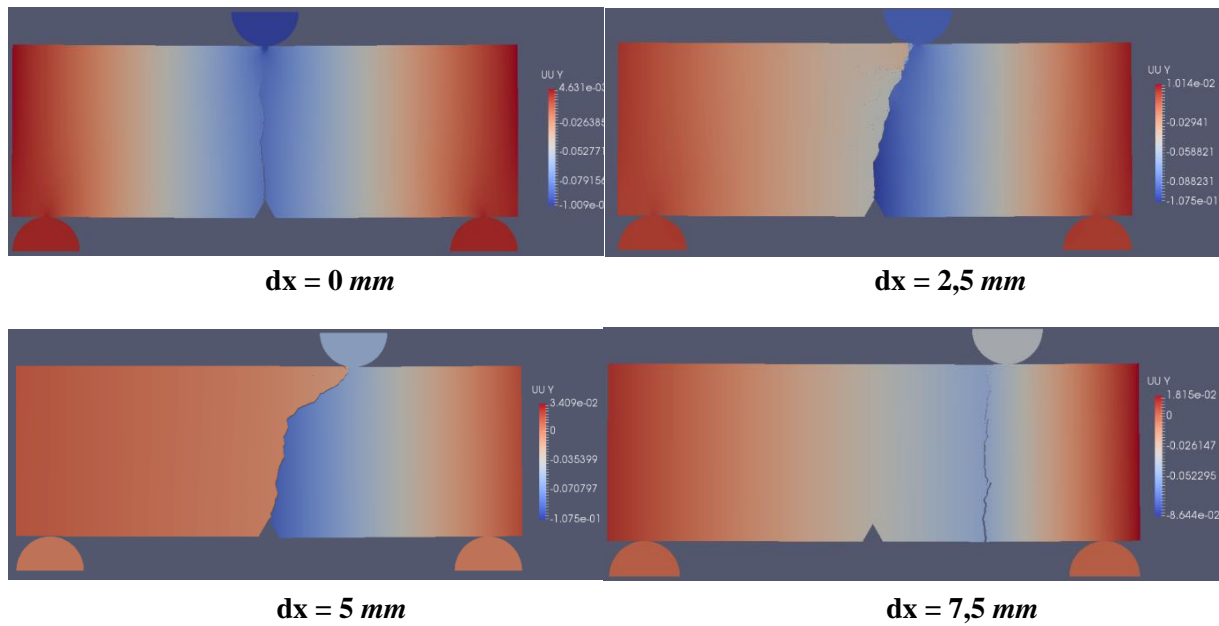


Figure IV.25 Champs de déplacements verticaux des échantillons pâte de ciment lors d'un essai de flexion trois points avec une charge excentrée  $dx$  ( $dx = 0$  ; 2,5 ; 5 et 7,5 mm).

Ainsi, le mode de rupture et le faciès de fissuration change avec le positionnement de l'entaille par rapport au point de contact du chargement, et la réponse mécanique correspondante s'en trouve également modifiée.

Certains auteurs se sont intéressés à la modélisation de la propagation en mode mixte de la fissure dans le béton afin de valider la robustesse de leur modèle numérique. Wu [261] a modélisé les transitions de mode de rupture des poutres en béton entaillées avec différents rapports de décentrage du chargement en flexion trois points sur la base du modèle des périodynamiques modifiés (voir Figure IV.26). Dans ces simulations, le chargement est appliqué au centre des échantillons. Il s'est principalement concentré sur les transitions de mode de rupture des poutres en béton avec un grand décentrage et une valeur critique lorsque la transition se produit. Les mêmes simulations sur une série d'essais quasi-statiques sont réalisées par Xu et al. [262] avec un modèle de zone cohésive régularisé par champ de phase (PF-CZM). Les résultats de ces deux travaux sont illustrés sur la Figure IV.26 avec la présentation de la géométrie et des conditions aux limites de chargement de l'échantillon.

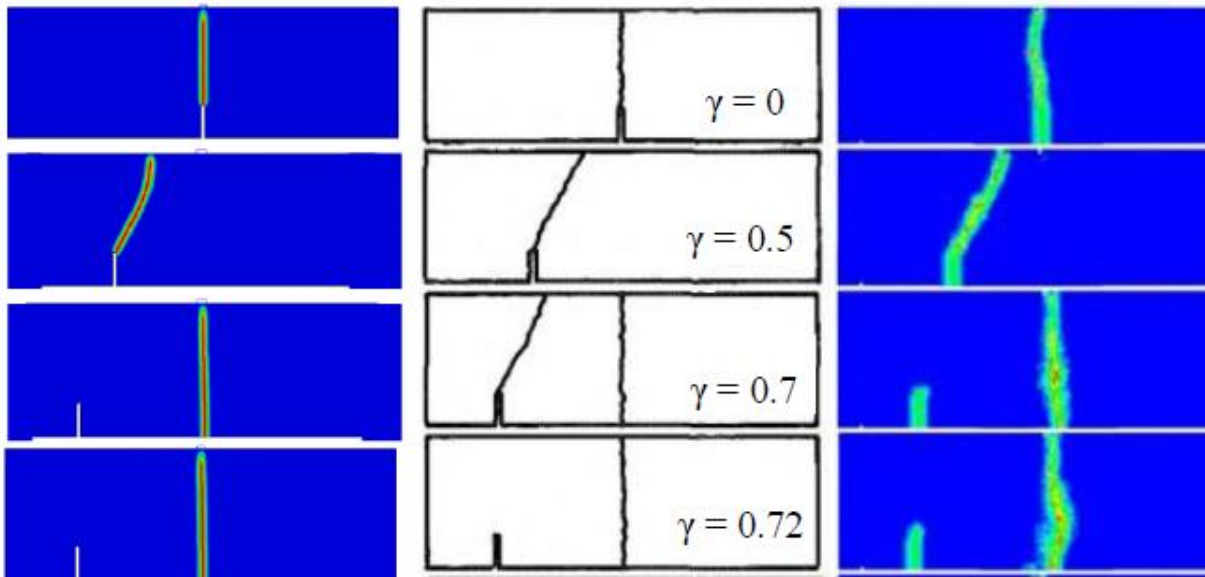


Figure IV.26 Profils d'endommagement finaux de quatre éprouvettes ( $25 \times 76 \times 200 \text{ mm}^3$ ) avec un décentrage  $\gamma$  d'entaille croissant ( $\gamma = 0 ; 0,5 ; 0,7$  et  $0,72$  de haut en bas) : (a) PF-CZM [262]; (b) Résultats expérimentaux [131] ; (c) Périodynamique homogénéisée intermédiaire (IH-PD)[261].

Ces résultats montrent que la transition entre l'amorçage en pointe de fissure et en peau extérieure de fissure se produit pour une excentricité d'environ  $dx \approx 9,1 \text{ mm}$  ( $\gamma = 0,7$ ). Pour le cas de chargement de la flexion excentrée présenté dans ce travail, la transition s'opère pour  $dx = 6 \text{ mm}$  (voir Figure IV.27). La différence est imputable à la configuration géométrique mais les résultats sont de même nature.

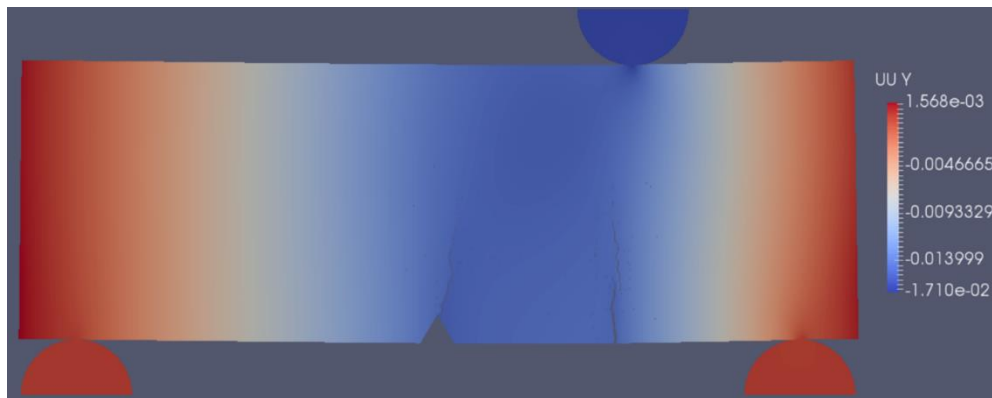


Figure IV.27 Champs de déplacement vertical de la pâte de ciment lors d'un essai de flexion trois points avec une charge excentrée  $dx = 6 \text{ mm}$ .

Expérimentalement, pour l'excentricité de  $dx = 7,5 \text{ mm}$ , le faciès de fissuration est un peu différent, comme en témoigne la Figure IV.28. Deux types de fissuration sont obtenus : l'une toujours s'initiant dans la pré-entaille et l'autre se produisant dans le plan de chargement.

Une comparaison entre les faciès de fissuration expérimentaux et les prédictions numériques est présentée sur la Figure IV.28. Dans l'ensemble, un bon accord est obtenu.

En conclusion, le modèle CZM a permis de prédire avec précision les trajectoires de fissuration pour le mode I et le mode mixte, en termes d'initiation et de propagation pour un échantillon de pâte de ciment sain sur l'essai de flexion excentrée, à l'échelle locale.

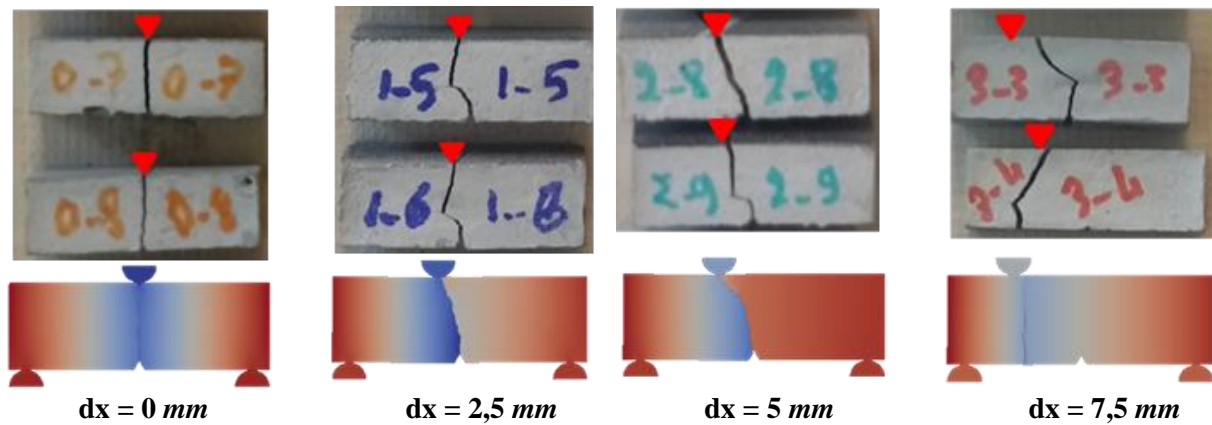


Figure IV.28 Essai de flexion trois points excentrée sur des pâte de ciment pré-entailées : comparaison qualitative des faciès de fissures observés expérimentalement et prédits numériquement.

#### IV.3.4 Essai de flexion trois points « centrée » sur des échantillons composites

La seconde phase de cette étude expérimentale/numérique concerne l'interface entre la pâte de ciment et le granulat. Des essais de flexion trois points avec un chargement centré sont réalisés sur des éprouvettes composites munies d'une interface inclinée (voir Figure III.18). Différentes inclinaisons sont testées afin d'étudier le comportement de l'interface pour différents rapports de mixité. Les composites sont testés avec le même banc de flexion et un chargement centré ( $dx = 0$ ). Le point de chargement centré s'opère sur deux configurations de l'éprouvette (voir Figure III.19), soit sur le granulat (C1), soit sur la pâte de ciment (C2).

##### IV.3.4.1 Construction du maillage

La construction du maillage des éprouvettes composites, quelle que soit l'inclinaison est identique à celle décrite pour le maillage des éprouvettes de pâte de ciment (voir section IV.3.3.1). Trois valeurs d'inclinaisons  $\alpha$  sont testées expérimentalement et numériquement :  $\alpha = 90^\circ$  (interface droite) ;  $\alpha = 30^\circ$  et  $\alpha = 60^\circ$ . Sauf pour l'angle droit, deux configurations C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub> sont modélisées. Le maillage pour les différentes inclinaisons et configurations est présenté sur la Figure IV.29.

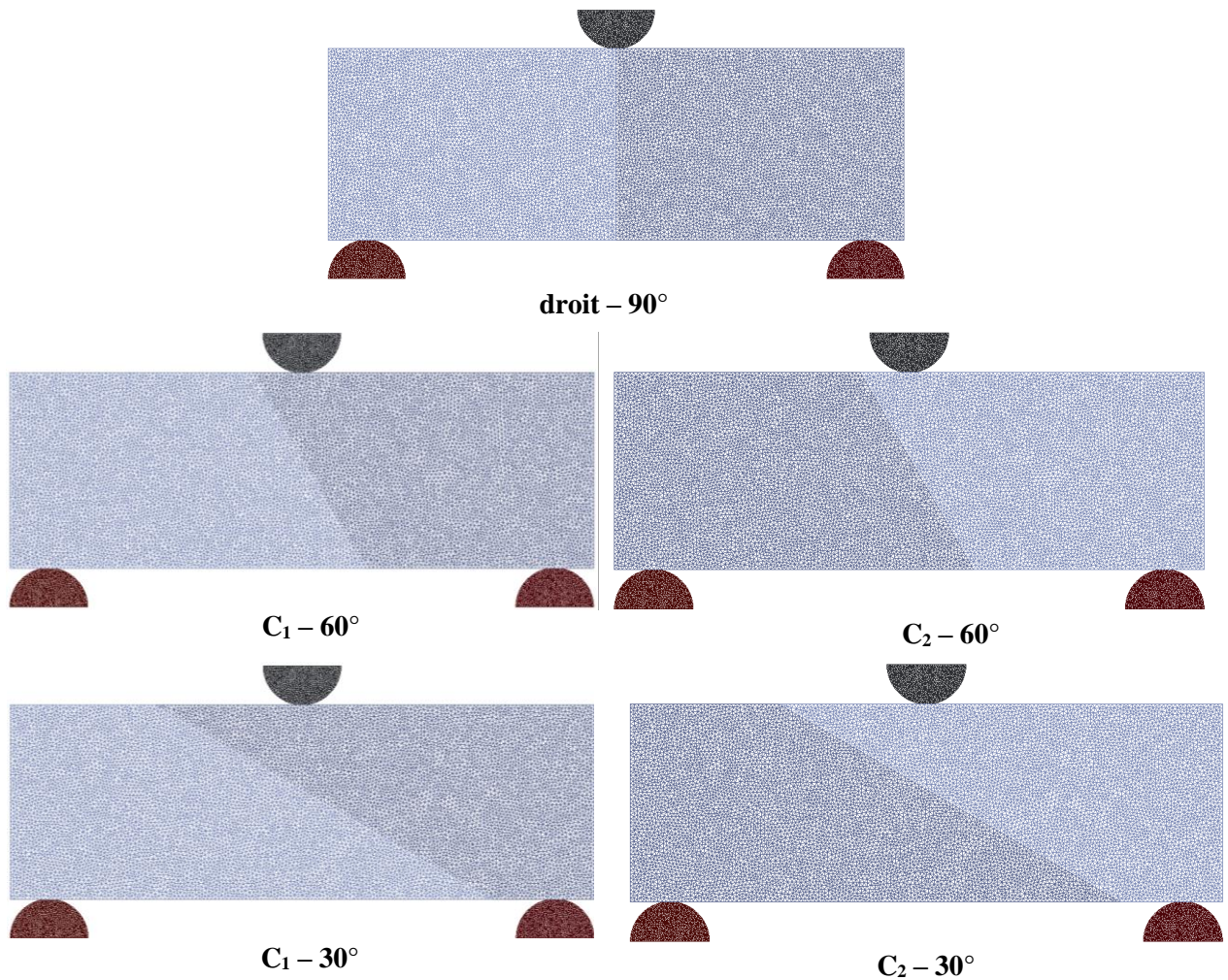


Figure IV.29 Maillages des composites pour différentes inclinaisons et configurations utilisées pour la simulation de la flexion trois points avec une charge centrée (bleu clair, la pâte de ciment et bleu foncé, le granulat).

#### IV.3.4.2 Paramètres élastiques et cohésifs de l'interface

Concernant les **paramètres de l'interface**, les contraintes cohésives normales et tangentielles ( $\sigma_N$ ,  $\sigma_T$ ) sont estimées expérimentalement en se basant cette fois sur les résultats des essais de traction et de cisaillement directs effectués sur les composites droits (voir section IV.2). Le reste des paramètres cohésifs normaux, le couple ( $C_N$ ,  $w_N$ ), est calibré par rapport aux résultats expérimentaux des essais de flexion trois points sur les composites droits ( $\alpha = 90^\circ$ ). Le couple ( $C_T$ ,  $w_T$ ) sera calibré à partir de l'essai de flexion trois points sur composite oblique, avec une inclinaison de  $60^\circ$  en configuration  $C_1$ . Les essais de flexion trois points sur composite oblique avec une inclinaison de  $30^\circ$  servent de validation.

La Table IV.9 résume les paramètres d'entrée élastiques et cohésifs retenus pour modéliser le comportement mixte des éprouvettes composites présentant une interface inclinée, sous flexion trois points avec un chargement « centré ».

	Paramètres élastiques		Paramètres cohésifs					
	$E$ (GPa)	$\nu$	$C_N$ (MPa/m)	$\sigma_N$ (MPa)	$w_N$ (J/m <sup>2</sup> )	$C_T$ (MPa/m)	$\sigma_T$ (MPa)	$w_T$ (J/m <sup>2</sup> )
<b>pdc</b>	20	0,2	$7,7 \times 10^{11}$	3,1	20	$9,8 \times 10^{11}$	6,5	60
<b>Interface</b>	-	-	$6.7 \times 10^{11}$	1	7	$8,8 \times 10^{11}$	3,2	30
<b>Granulat</b>	70	0.22	$1,2 \times 10^{13}$	$6 \times 10^2$	$10^5$	$5,1 \times 10^{13}$	$1,2 \times 10^3$	$10^6$
<b>Acier</b>	210	0,3	-	-	-	-	-	-

Table IV.9 Paramètres élastiques et cohésifs considérés pour modéliser le comportement en mode mixte des éprouvettes composites avec une interface inclinée sous flexion trois points « centrée ».

Sur la Figure IV.30, sont tracées les réponses mécaniques expérimentales et numériques des composites, lors de la flexion trois points, pour les différentes inclinaisons et configurations. Il est constaté une grande dispersion de la force à rupture et de la rigidité apparente des courbes. Ces dispersions peuvent être attribuées à la non-répétabilité de la géométrie de l'éprouvette et à la rugosité des granulats, à la mise en place de l'éprouvette sur le banc d'essai ou aux variabilités du comportement mécanique des différentes phases de l'éprouvette (hétérogénéité des phases). Les résultats numériques des composites indiquent un comportement avec une ductilité plus importante que pour la pâte de ciment pure. La présence de l'interface contribue à cette ductilité.

La Figure IV.31 permet d'analyser l'effet de l'inclinaison de l'interface sur le comportement global des composites. La Figure IV.31(a) présente la superposition des réponses mécaniques numériques des courbes force/déplacement du composite soumis à l'essai de flexion trois points centrée pour les différentes inclinaisons et configurations testées. Ces résultats montrent que la résistance à la rupture ainsi que l'énergie de fissuration des éprouvettes deviennent plus importantes à mesure que l'inclinaison (angle entre l'interface et le plan de chargement) ou le rapport de mixité de chargement entre le mode II et le mode I augmente. En outre, on observe que, pour une même inclinaison, les échantillons chargés avec la configuration C<sub>1</sub> (chargement appliqué sur le granulat) résistent davantage que ceux chargés avec la configuration C<sub>2</sub> (chargement appliqué sur la pâte de ciment). Cette différence de résistance est expliquée par l'initiation d'endommagement qui commence dans la pâte dans le cas de C<sub>1</sub> (phase plus résistante) et dans l'interface (phase moins résistante) dans le cas de C<sub>2</sub>. La prédiction numérique de la propagation des fissures dans ces cas a montré que la rupture finale peut se produire dans la pâte de ciment, ailleurs qu'à l'interface.

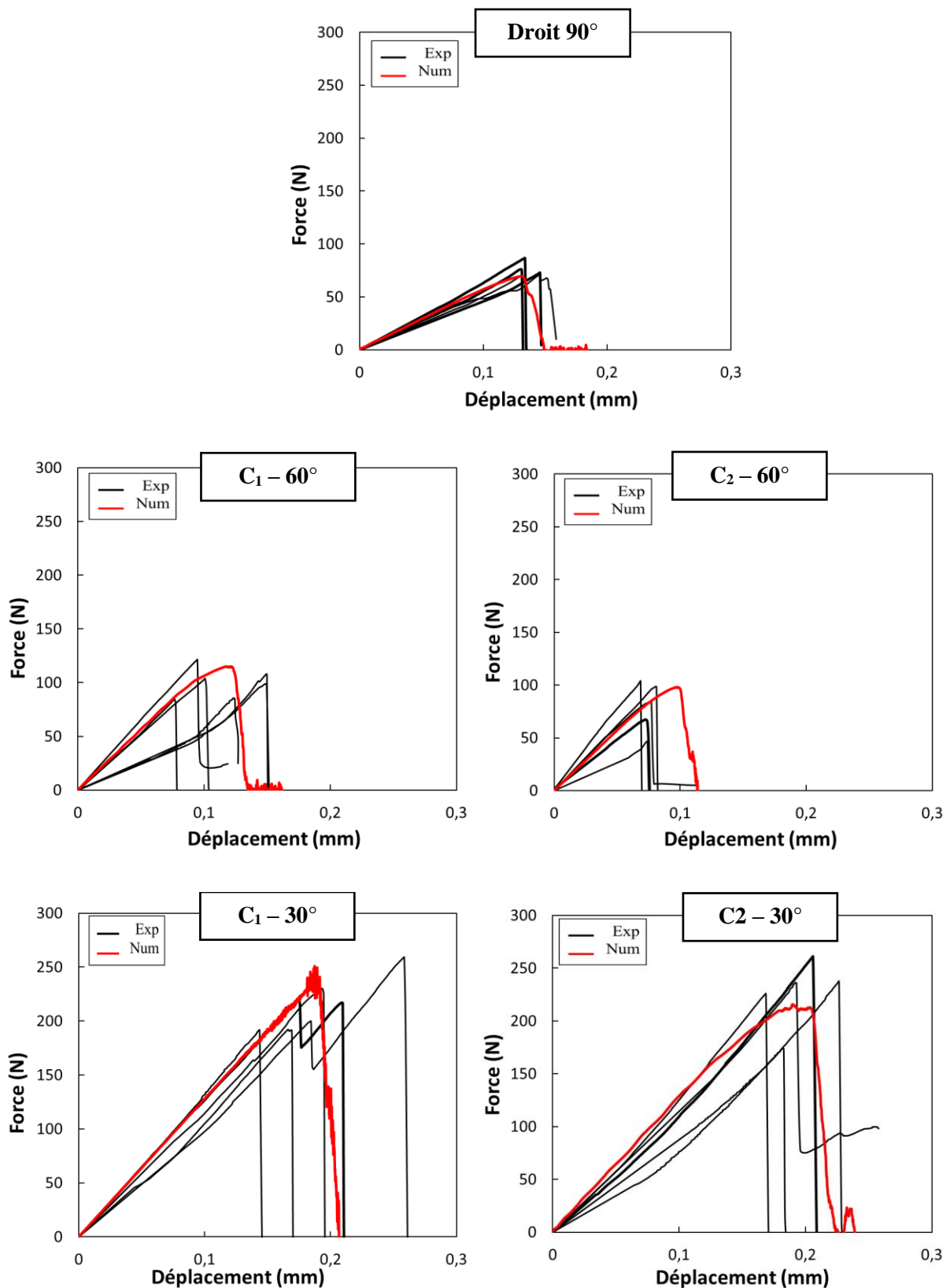


Figure IV.30 Courbes force/déplacement expérimentales (noires) et numérique (rouge) des éprouvettes composites avec différentes inclinaisons en flexion centrée trois points pour les deux configurations (C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub>).

Pour comparer l'influence de variation de rapport de mixité expérimentalement et réduire les fluctuations, la moyenne des forces à la rupture, et les forces maximales et minimales associées pour les différentes inclinaisons et configurations sont regroupées dans la Table IV.10. La Figure IV.31(b) montre une évolution similaire expérimentalement et numériquement des forces à la rupture en fonction de l'inclinaison avec des valeurs comparables.

Éprouvette	Droit	C <sub>1</sub> - 60°	C <sub>2</sub> - 60°	C <sub>1</sub> - 30°	C <sub>2</sub> - 30°
1	86,63	121,40	46,68	225,87	220,91
2	72,84	84,87	67,25	260,98	192,18
3	71,12	103,78	84,11	236,16	191,71
4	69,14	85,58	98,49	237,59	200,23
5	76,05	107,89	103,99	173,49	230,07
6	74,8	98,89	-	210,05	228,12
<b>Moyenne (N)</b>	75,16	80,10	100,40	207,02	226,82
Max. (N)	86,63	103,99	121,40	230,07	260,98
Min.(N)	69,14	46,68	84,87	191,71	173,49
<b>Numérique (N)</b>	85,59	98,00	115,08	215,63	250,89

Table IV.10 Force à rupture pour six échantillons composites testés par configuration, leur moyenne expérimentale et leur prédiction numérique.

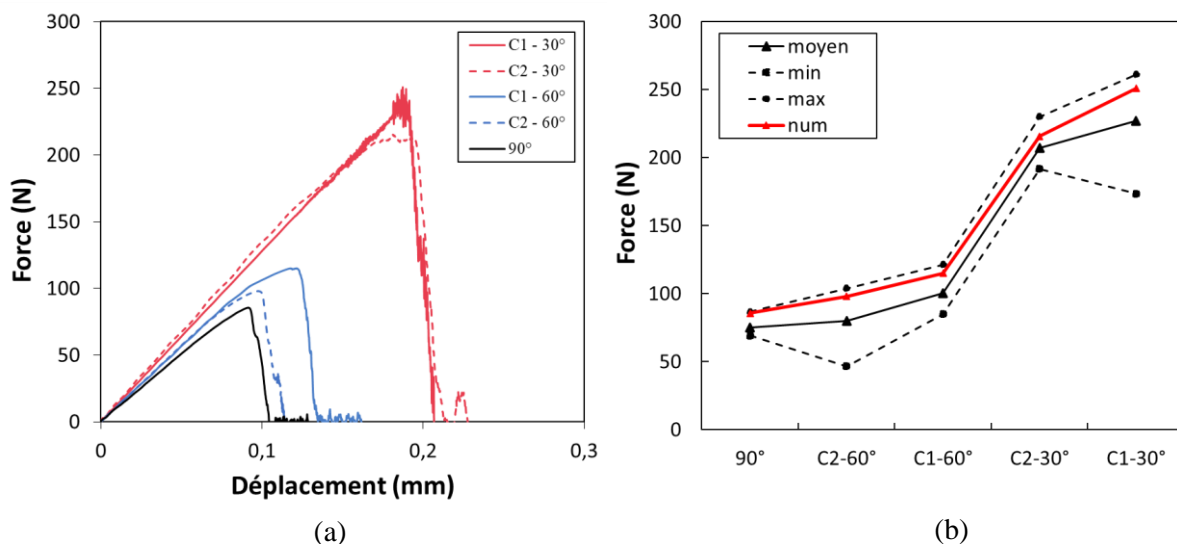


Figure IV.31 (a) Courbes force/déplacement obtenues numériquement sur éprouvettes composite avec interface inclinée sous flexion trois points centrée ; (b) Résultats expérimentaux et prédictions numériques de l'évolution de la résistance à rupture en fonction de l'inclinaison.



Ainsi, la prédiction numérique de cette résistance s'avère bien comprise entre l'enveloppe des valeurs maximales et minimales des résistances des éprouvettes. **Par conséquent, ces résultats montrent que le modèle CZM proposé ici prédit de façon adéquate, à l'échelle de l'interface, la résistance des composites sains, aussi bien avec une interface droite qu'inclinée (angle de 30° et 60°).**

#### IV.3.4.3 Analyse des faciès de rupture

La prédiction numérique de la propagation de fissure dans les composites avec une interface inclinée sous flexion trois points est présentée dans la Figure IV.32 pour les différentes inclinaisons et configurations. Les champs de déplacement verticaux et les faciès de fissuration sont montrés.

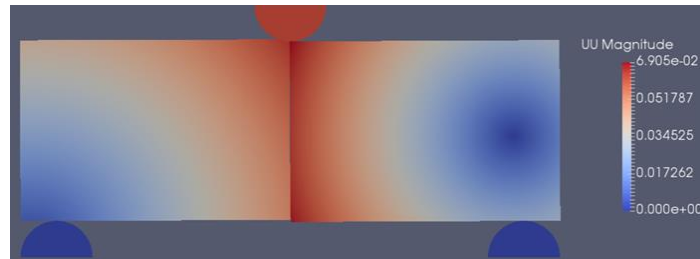
Lorsque l'angle est droit, la fissure du composite droit se propage en mode I à travers l'interface où une rupture « adhérente » (localisée à l'interface du ciment et du granulat siliceux) est observée. Ceci est en bon accord avec les résultats expérimentaux. Un amorçage de la fissure au milieu de l'éprouvette dans la pâte de ciment est observé dans la configuration C<sub>1</sub> et pour les deux inclinaisons 30° et 60°. La fissure se propage ensuite dans la pâte jusqu'au contact avec l'interface où elle continue à se propager.

Pour la configuration C<sub>2</sub>, deux propagations de fissures distinctes sont obtenues pour les inclinaisons de 30° et 60°. Dans le cas d'une inclinaison de 30°, la fissure s'initie et se propage à travers l'interface. Dans le cas d'une inclinaison de 60°, la fissure est initiée à l'interface puis continue à se propager dans la pâte de ciment, dans la direction du point d'application de la charge.

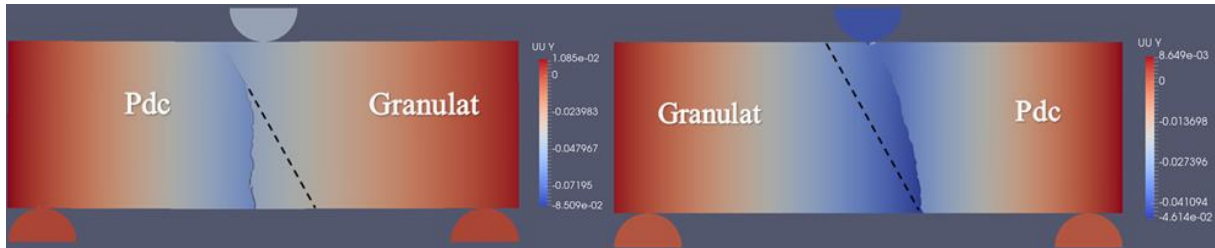
La Figure IV.33 compare les faciès de fissuration expérimentaux et numériques. Il en découle un bon accord entre les trajectoires de rupture prédites numériquement et les observations expérimentales. Un chemin de fissure qualitativement identique est obtenu expérimentalement et numériquement pour le composite droit lorsque la fissure se propage en mode I. Pour la configuration C<sub>1</sub>, le modèle prédit avec précision la propagation de la rupture dans les composites, aussi bien avec des interfaces inclinées à 30° qu'à 60°. Cependant, pour la configuration C<sub>2</sub>, la prédiction se révèle moins pertinente avec l'obtention de deux faciès différents : soit la fissure s'initie à l'interface et poursuit sa propagation (inclinaison à 30°), soit la fissure commence à la pointe de l'interface et continue à se propager dans la pâte de ciment dans la direction de la charge externe appliquée (inclinaison à 60°).

D'un point de vue expérimental, pour la configuration C<sub>2</sub>, deux propagations de fissures sont observées :

- La fissure s'initie à l'interface et poursuit sa propagation dans la pâte de ciment dans la direction du point de chargement (inclinaison à 60°). Ce mode de fissuration est observé numériquement dans le cas d'inclinaison à 60°.
- La fissure s'initie à l'interface et bifurque en deux fissures dont l'une poursuit sa propagation dans l'interface (observée numériquement pour une inclinaison à 30°), et l'autre dans la pâte de ciment dans la direction du point de chargement. Numériquement, ces deux propagations sont observées séparément. Par contre, cette bifurcation n'est pas observée numériquement.

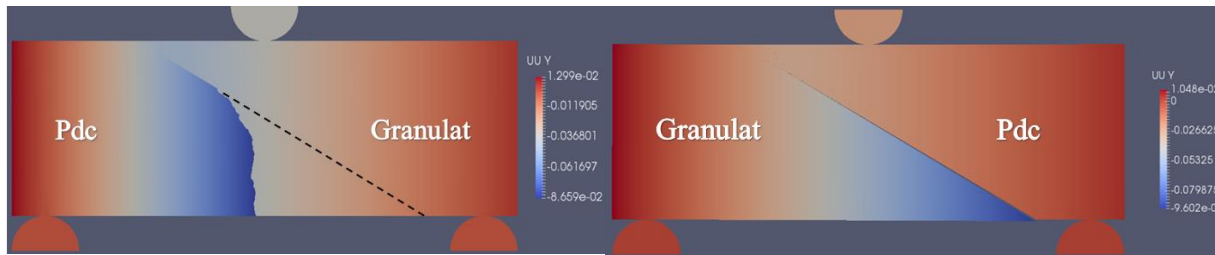


**Droit – 90°**



**C<sub>1</sub> – 60°**

**C<sub>2</sub> – 60°**

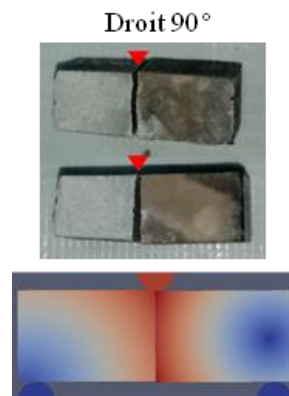


**C<sub>1</sub> – 30°**

**C<sub>2</sub> – 30°**

Figure IV.32 Visualisation des champs de déplacements verticaux des composites à interface oblique sous flexion centrée trois points pour les inclinaisons 30°,60° et 90° avec les deux configurations (C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub>).

Comme le composite numérique est modélisé de façon « homogène » (sans défauts, sans porosités, sans pré-fissures), il semblerait que la configuration C<sub>2</sub> avec l'angle à 60° soit mieux prédite que celle avec l'angle à 30°.



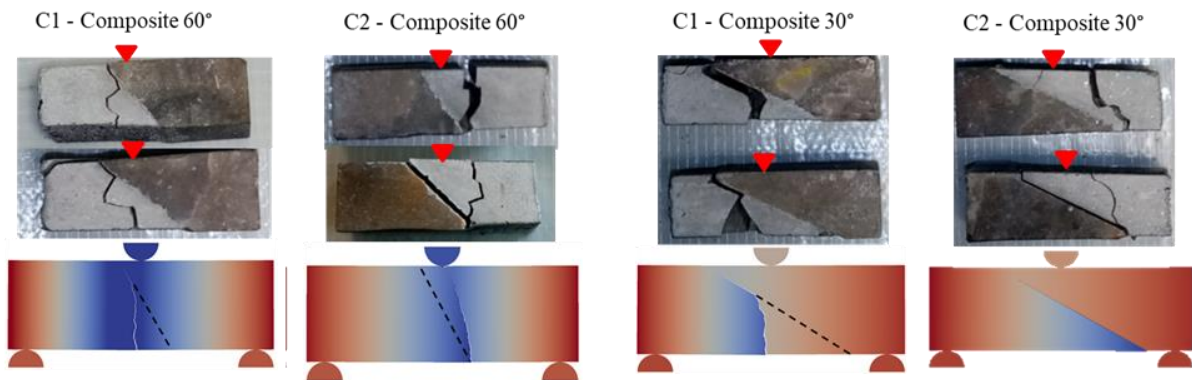


Figure IV.33 Comparaison qualitative des trajectoires de fissuration observées expérimentalement et prédites numériquement pour l'essai de flexion centrée trois points effectués sur des composites avec différentes inclinaisons de l'interface.

## IV.4 Conclusion

Le recours à la loi cohésive, définie dans la section II.3.2, a ici été considéré pour la modélisation du comportement à la rupture d'une pâte de ciment et d'une interface entre une pâte de ciment et un granulats, par une approche EFVC [148][211]. Dans l'optique de développer un outil numérique prédictif, les paramètres cohésifs de cette loi sont identifiés et validés en se basant sur **une comparaison entre simulation numérique et une campagne expérimentale originale à l'échelle locale avec l'élaboration d'un essai de flexion trois points sur des éprouvettes spécifiques et des points de chargement bien particuliers.**

Ce chapitre résume l'étude expérimentale réalisée à l'échelle locale pour étudier le comportement mécanique en mode mixte I+II de la pâte de ciment et de l'interface pâte de ciment/granulats, lors d'un essai de flexion trois points. L'estimation des résistances à la rupture en mode pur de ces éprouvettes est réalisée en se basant sur les observations des essais de traction et de cisaillement directs. Pour étudier le comportement sous chargement complexe de la pâte de ciment, un essai de flexion à trois points est mis en œuvre sur des éprouvettes pré-entaillées avec une charge excentrée. Pour le composite, c'est un essai de flexion trois points avec un chargement centré qui est mené sur des échantillons à interface oblique. L'effet du rapport de charge normale/tangente sur la rupture en mode mixte I+II est étudié sur les deux types d'échantillons. En comparant les résultats des simulations numériques avec les essais, il s'avère que **la loi cohésive, utilisée dans ces simulations, démontre une efficacité satisfaisante pour modéliser le comportement en mode mixte des matériaux cimentaires sains à l'échelle locale du matériau.**

Le deuxième objectif dans ce travail est de mettre en place un outil numérique prédictif du comportement du béton à l'échelle mésoscopique. Pour comprendre les mécanismes physiques responsables du comportement mésoscopique du béton et de sa fissuration (rendue complexe par l'hétérogénéité de sa microstructure), il est nécessaire d'étudier son comportement à une échelle plus petite. Dans le chapitre

suivant, une modélisation du comportement mécanique du béton à l'échelle mésoscopique est présentée en prenant en compte les propriétés locales de l'interface pâte de ciment/granulat. Dans ce contexte, afin d'évaluer la pertinence du modèle cohésif à prédire le comportement mécanique d'un béton sain à une échelle supérieure, en l'occurrence l'échelle mésoscopique, un nouveau dispositif expérimental est mis en œuvre, de nouveaux échantillons sont réalisés, un essai de flexion trois points avec chargement centré est mené sur des poutrelles en béton pré-entailées et une confrontation expérimentale/numérique des réponses mécaniques et des chemins de fissurations est ensuite investiguée.

**V. Chapitre 5 : mise en place d'un protocole expérimental/numérique pour développer un modèle prédictif du comportement mécanique du béton sain à l'échelle mésoscopique**

## V.1 Introduction

Le chapitre IV a permis une compréhension globale des mécanismes intervenant à l'échelle locale de la matière en proposant une simulation numérique, la plus fidèle possible, du comportement mécanique du béton. Les résultats ont ainsi montré une estimation précise des paramètres des modèles cohésifs dans l'obtention de résultats qualitativement et quantitativement similaires. Outre le comportement local des différentes phases, leur distribution spatiale dans le béton de structure joue un rôle essentiel sur la tenue à la rupture.

Dans ce chapitre, on s'intéresse à la mise en place d'un outils numérique prédictif du comportement du béton à l'échelle mésoscopique sur des éprouvettes de béton (granulats agglomérés dans une pâte de ciment pure) soumises à une flexion trois points. Un protocole de génération de microstructures 2D représentatives du béton réel est mis en place pour réaliser 10 tirages de bétons numériques. Des calculs avec dix agencements de granulats différents sont réalisés avec une confrontation des réponses mécaniques expérimentale/numérique. La Figure V.1 illustre les étapes du protocole expérimental/numérique de remontée d'échelle pour le développement du modèle prédictif du comportement mécanique du béton à l'échelle mésoscopique.

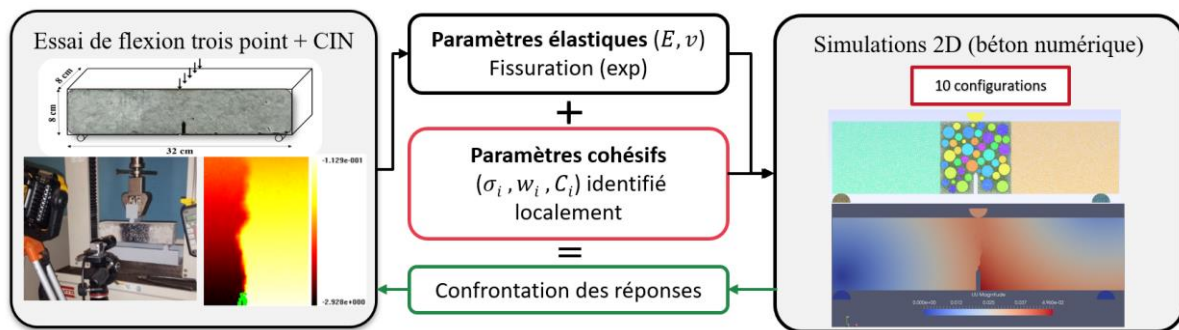


Figure V.1 Étapes du protocole expérimental/numérique de remontée d'échelle pour le développement du modèle prédictif du comportement du béton à l'échelle mésoscopique.

L'objectif principal de cette étude expérimentale est d'étudier la rupture des structures en béton sous flexion en tenant compte de la microstructure du matériau béton avec le choix de deux fractions volumiques des granulats. Des essais de flexion trois points sont réalisés sur des poutrelles, de dimensions  $8 \times 8 \times 32 \text{ cm}^3$ . Pour la même formulation de béton testée en flexion, des éprouvettes cylindriques, de dimensions  $11 \times 22 \text{ cm}$ , sont également coulées afin de réaliser des essais non destructifs et des essais destructifs de compression pour mesurer la résistance et les propriétés mécaniques (module Young) de ces éprouvettes.

Ce protocole hybride ainsi que ces résultats sont détaillés dans les deux parties suivantes de ce chapitre.

## V.2 Campagne expérimentale

Dans ce chapitre, la démarche expérimentale utilisée est décrite en présentant le protocole expérimental choisi pour définir les essais de caractérisation mécanique ainsi que les données relatives aux matériaux et techniques expérimentales retenues.

### V.2.1 Protocole expérimental

#### V.2.1.1 Choix des matériaux

##### V.2.1.1.1 Ciment

Le ciment utilisé est le même que celui des campagnes expérimentales à l'échelle locale. C'est un ciment de type CEM I 52,5 R commercialisé par la société Calcia. Il provient de la cimenterie de Beffes. Les CEM I de classe R sont des ciments à prise rapide et permettent un décoffrage rapide.

##### V.2.1.1.2 Granulats

Pour la fabrication des différents échantillons de béton, les granulats utilisés sont des alluvions siliceux semi-concassés provenant de la carrière d'Oscar Savreux. Il s'agit de gravillons de classes 4/8 et 8/12,5 (Voir Figure V.2). Ces granulats sont non réactifs vis-à-vis du phénomène d'alcali-réaction et produits conformément aux normes NF P 18-545.

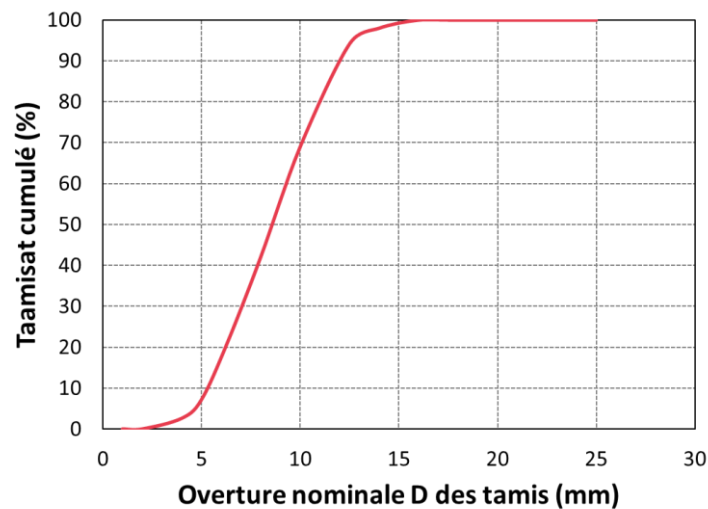


Figure V.2 Courbes granulométriques des granulats utilisés dans la réalisation des éprouvettes de béton à l'échelle mésoscopique.

#### V.2.1.2 Réalisation et conservation des éprouvettes

Dans la formulation du béton, un rapport Eau/Ciment de 0,47 est utilisé (même formulation à l'échelle locale). À cette échelle, on s'intéresse à l'étude du comportement du béton avec une fractions volumiques de 50%.

La composition du béton est donnée dans la Table V.1 où l'ajout de sable n'a pas été considéré pour être cohérent avec les identifications des paramètres des phases réalisées à l'échelle locale.

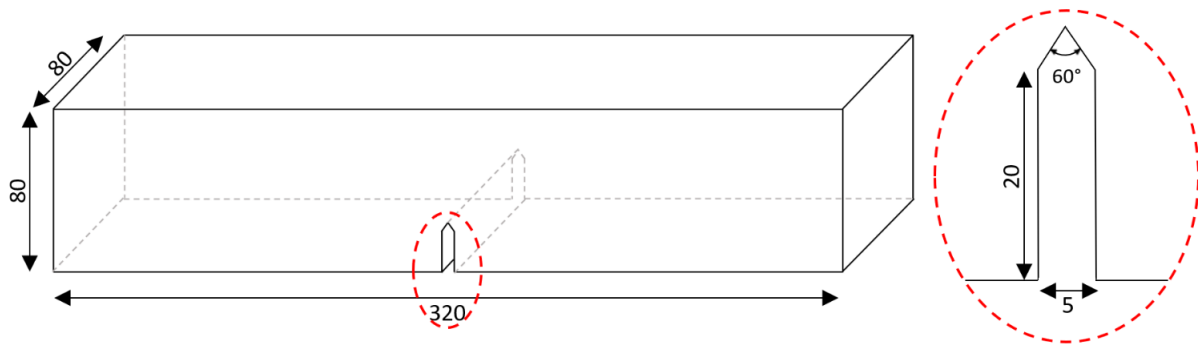


Figure V.3 Géométrie des poutrelles (dimensions en mm).

	Ciment (Kg)	Gravier (Kg)	E/C	Poutrelles	Cylindres
Dosage	25	33	0,47	7	6

Table V.1 Formulations du béton utilisé et nombres d'éprouvettes coulées.

Les éprouvettes réalisées sont des poutrelles parallélépipédiques de longueur 32 cm, de largeur et d'hauteur 8 cm avec une entaille (de largeur 0,5 cm et de hauteur 2,5 cm) à la mi-longueur de forme prismatique (voir Figure V.3) et des cylindres de diamètre 11 cm et de hauteur 22 cm. La réalisation de l'entaille pour les poutrelles se fait durant le coulage. Les poutrelles sont réalisées à l'aide d'un coffrage en bois avec une encoche en PVC préexistante. Les encoches sont fixées au coffrage avant coulage et sont retirées lors du décoffrage des poutrelles (voir Figure V.4(a)). Les cylindres sont coulés dans des moules en carton, comme on peut le voir sur la Figure V.4(b). Les deux types de moules sont huilés de manière à faciliter le démoulage. La fabrication des éprouvettes de béton est réalisée selon un protocole normalisé.

Le malaxage a été réalisé en cinq étapes avec un malaxeur à axe vertical selon la procédure suivante :

- Humidifier le malaxeur et les ustensiles à utiliser pour le coulage pour éviter que les particules fines se dispersent dans l'air ;
- Introduire une partie des gravillons avec un peu d'eau de gâchage ;
- Malaxer les granulats (30 secondes) ;
- Introduire le ciment. Les matériaux sont malaxés à sec pendant environ une minute ;
- Introduire de l'eau progressivement ;
- Malaxer pendant environ 2 minutes.



Après la fin du malaxage, le béton est mis en place dans des moules et vibré avec un vibreur électrique. Les échantillons sont décoffrés après 3 jours et conservés dans un bac d'eau à température ambiante.

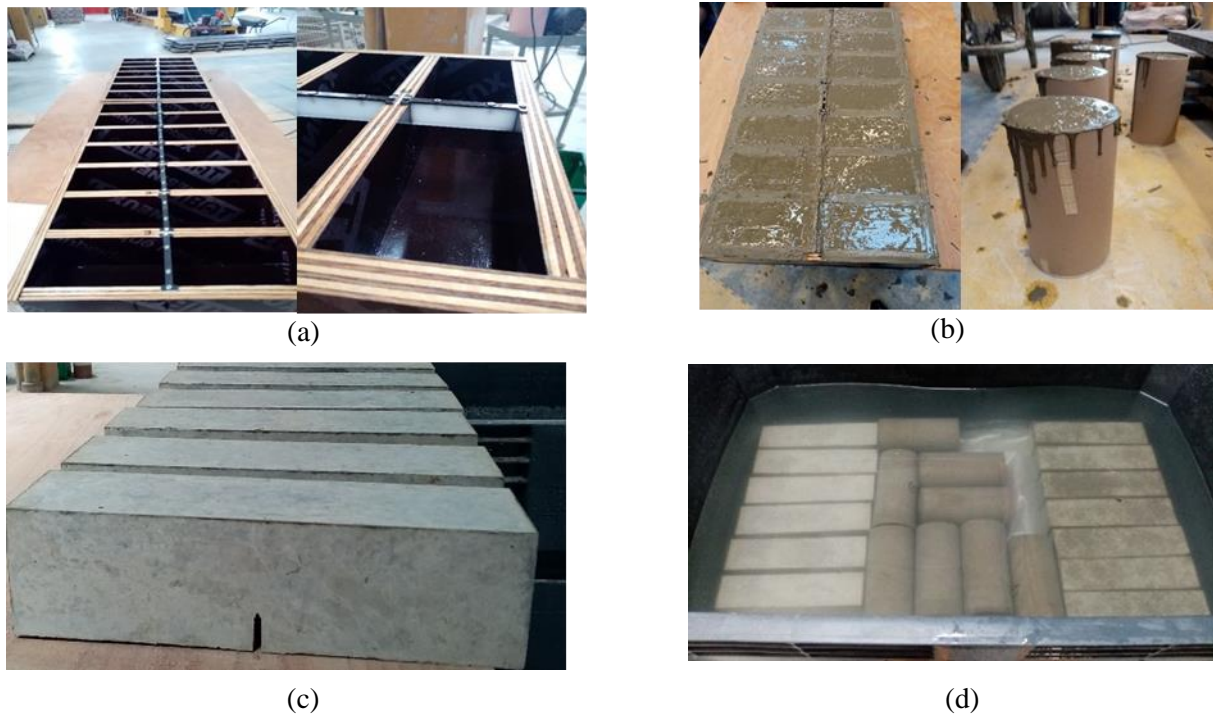


Figure V.4 Réalisation des poutrelles et des éprouvettes cylindriques : (a) Coffres en bois des poutrelles ; (b) Coulage des éprouvettes ; (c) Démoulage des poutrelles et (d) Conservation de deux types d'éprouvettes.

### V.2.1.3 Protocole d'essais de caractérisation mécanique

Cette partie détaille les différentes procédures expérimentales utilisées pour les essais de caractérisation des matériaux et de détermination des caractéristiques mécaniques du béton.

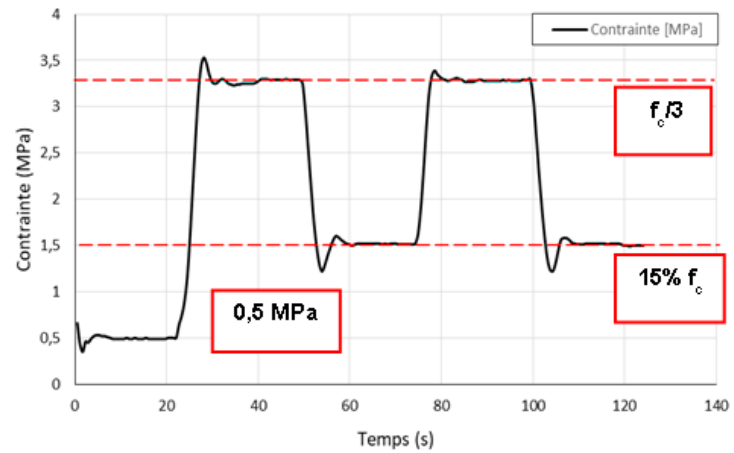
#### V.2.1.3.1 Mesure de la résistance à la compression et du Module d'élasticité

Après 60 jours, les éprouvettes cylindriques subissent un surfacage par meulage après la sortie de l'eau. Afin de bien caractériser le comportement des échantillons, des essais de compression non destructifs et destructifs sous presse sont réalisés sur les cylindres. Pour la mesure du module d'élasticité ou le module d'Young, les échantillons sont instrumentés de trois extensomètres, fixés autour du périmètre des cylindres (voir Figure V.5(a)). Ces échantillons sont soumis à des cycles de charge/décharge dont le profil est présenté sur la Figure V.5(b).

Ce protocole permet de calculer le module d'Young de l'éprouvette comme une moyenne du module d'Young initial (phase de charge du premier cycle) et du module d'Young final (phase de décharge du dernier cycle).



(a)



(b)

Figure V.5 (a) Éprouvette équipées des extensomètres sous compression ; (b) Cycles de charge/décharge appliqués aux éprouvettes cylindriques pour estimer le Module d'Young.

Après la mesure du module d'Young (essai non destructif), les cylindres sont soumis à un essai de compression (essai destructif). Cet essai permet de mesurer la résistance en compression selon la norme NF EN 12390-3-2012. Les éprouvettes sont placées et centrées sous la presse (Voir Figure V.6). La vitesse de chargement doit être constante pendant toute la durée de l'essai. L'essai est piloté en contrainte avec une vitesse de chargement fixée à 0,5 MPa/s.



Figure V.6 Dispositif d'essai de compression des cylindres (11x22 cm).

Six échantillons sont testés en compression. Avant de réaliser les essais de compression destructifs, le module d'Young  $E$  de chaque échantillon (sauf le premier qui a été utilisé pour l'estimation de la résistance à la compression  $f_c$  nécessaire pour le cycle de charge/décharge appliqué dans le cas des

essais non destructifs de la mesure du module d'Young) a été mesuré. La Table V.2 donne les moyennes des résistances en compression  $f_c$  et le module d'Young  $E$ .

	Force à la rupture $F$ (KN)	Résistance moyenne en compression $f_c$ (MPa)	Module d'Young $E$ (GPa)
E1	103	13,1	-
E2	110	14,0	66
E3	107	13,6	55
E4	90	11,5	72
E5	102	13,0	52
E6	95	12,1	42
Moyenne	101	12,9	57,4
Écart type	5,78	0,74	11,8

Table V.2 Résistance en compression et module d'Young du béton (éprouvette 11x22 cm).

À 60 jours de maturité du béton, ces essais montrent que les éprouvettes cylindriques de béton ont une résistance en compression moyenne de 12,9 MPa et un module d'Young moyen de 57,4 GPa.

#### V.2.1.3.2 Essai de flexion trois points

Il s'agit d'un essai de flexion 3 points centrée sur les poutrelles pré-entailées mouchetées sur une des faces, en vue de l'utilisation de techniques de corrélation d'images numériques CIN pour mesurer les champs de déplacements surfaciques. À l'aide d'une bombe de peinture, on applique une sous-couche noire sur le côté qui sera moucheté. Après séchage de la sous-couche, une peinture blanche en aérosol est appliquée. La peinture est pulvérisée à une distance d'environ 20 cm au-dessus de la sous-couche noire. La bombe se déplace rapidement et la pression exercée sur le bouton de pulvérisation est modeste, ce qui permet de déposer de fines gouttelettes de peinture blanche sur la sous-couche noire. Plusieurs passages sont effectués jusqu'à ce que l'aspect visuel du mouchetage devienne satisfaisant (voir Figure V.7(b)).

Les essais de flexion trois point sont pilotés en déplacement dans le but d'obtenir la courbe force/déplacement et sont effectués à l'aide d'une machine MTS (Qtest 25 Elite, capacité 25kN) à l'IUT de Nîmes. Une vitesse de déplacement de 10  $\mu\text{m/s}$  est appliquée sur les poutrelles. Les capteurs intégrés de la machine permettent de mesurer le déplacement vertical de l'appui supérieur, ce qui permet d'obtenir le déplacement à la mi-travée de la poutrelle. La technique de corrélation d'images numériques permet de suivre la fissuration au cours de l'essai. Une caméra haute résolution « acA5472-17um - Basler ace » a été utilisée pour capter des clichés pour la corrélation d'images numériques CIN. Durant les essais, l'éprouvette reçoit de l'éclairage uniquement par l'intermédiaire d'un spot lumineux (voir la Figure V.7(a)).



(a)



(b)

Figure V.7 (a) Dispositif d'essai de flexion 3 points ; (b) Mouchetis appliqués sur les éprouvettes.

Les calculs de corrélation d'images numériques par une approche locale sont menés sur le logiciel «TraitCineNRJ» [257][258], développé au LMGC.

Sept poutrelles sont testées en flexion trois points après 60 jours d'hydratations. La Figure V.8 montre les courbes expérimentales des forces verticales appliquées durant les essais en fonction du déplacement vertical de la traverse (jusqu'à 1 mm).

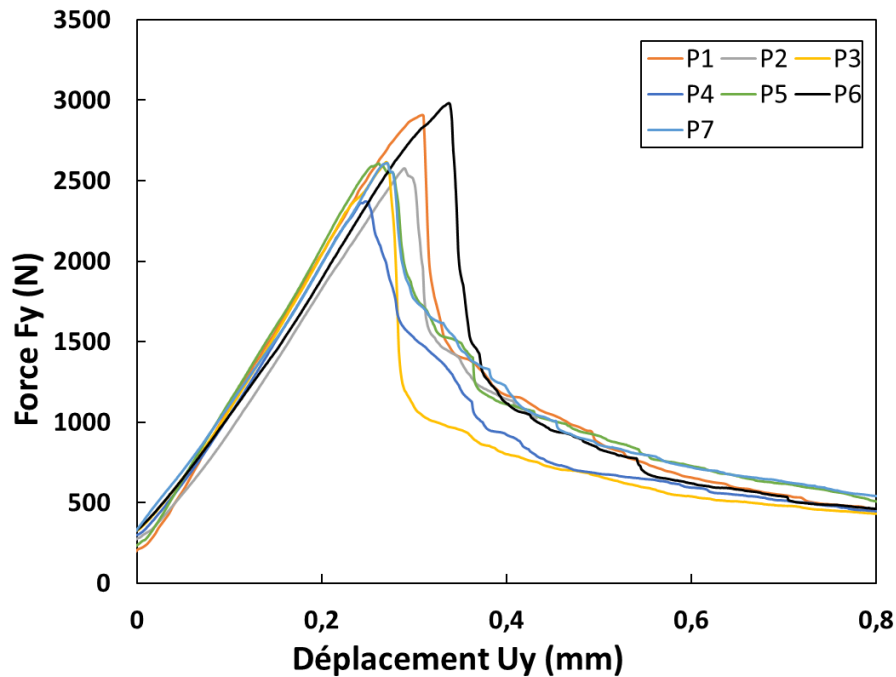

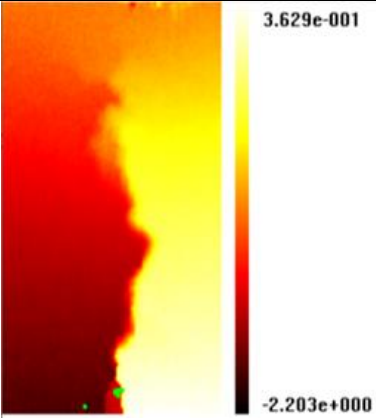

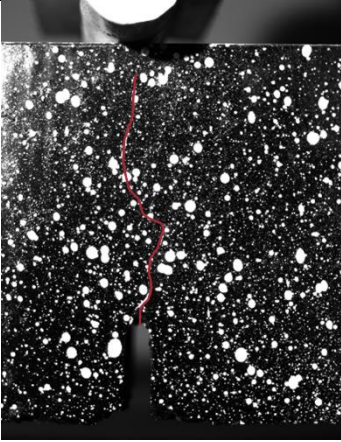
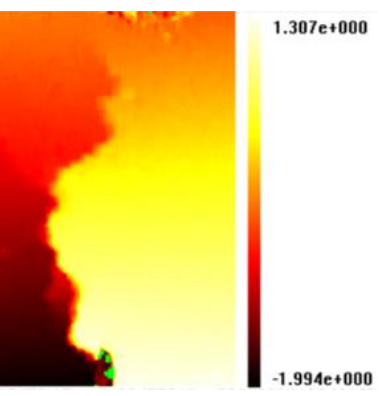



Figure V.8 Courbes force/déplacement vertical des essais de flexion 3 points sur poutrelles pré-entaillées.

On observe que les courbes se composent de trois phases, caractéristique du **comportement quasi-fragile du béton** : une phase linéaire croissante élastique, suivie d'une phase non linéaire croissante qui débute avant le pic de contrainte puis devient décroissante après le pic de contrainte et continue à décroître jusqu'à la rupture. La phase linéaire élastique correspond à la résistance de la poutrelle au chargement appliqué. Au pic de contrainte, commence l'amorçage de la fissure. Le développement de cette fissure entraîne une diminution de la résistance du béton qui conduit à la rupture. On remarque que pour toutes les courbes, la pente pendant la première phase linéaire est presque identique avec un pic de la force de rupture qui oscille entre 2,4 et 3kN (en raison de la forte hétérogénéité de la structure interne du béton). Cette force maximale est notamment influencée par le point d'initiation de la fissure et le chemin suivi par la fissure pendant sa propagation. Les faciès de fissure de deux faces (avec et/ou sans moucheté) des poutrelles ainsi les champs de déplacement surfacique correspondants et obtenus par la CIN sont présentés dans la Table V.3. On observe dans certains cas (P5 et P6) que la fissure ne s'initie pas du point au centre de l'entaille mais aux points des bords (gauche ou droit) de l'entaille sur une des deux faces. Cela s'explique par la présence de granulats dans la zone de concentration de contrainte, avec une fissure s'initiant au niveau des autres points de l'entaille. D'autre part, on constate que dans la zone centrale localisée sur la surface des poutrelles les faciès de fissures sont différentes, principalement en raison d'une microstructure du béton non homogène (avec un agencement spatial aléatoire des granulats) et de la torsion de la poutre. La fissure peut être tortue (cas de P3 et P5) ou même ramifiée (cas de P1 et P7).

		Face non mouchetés	Face moucheté
P1	-	-	
P2	 <p>3.629e-001 -2.203e+000</p>		
P3	 <p>1.307e+000 -1.994e+000</p>	-	

P4			
P5			
P6	-		



Table V.3 Faciès de fissure de la zone localisée directement au-dessus de l'entaille après les essais de flexion trois points des poutrelles béton correspondant aux courbes force-déplacement de la Figure V.8.

### **V.3 Protocole numérique pour la mise en place du modèle prédictif du comportement du béton mésoscopique**

La modélisation à l'échelle du calcul de structures considère le béton comme un milieu continu homogène isotrope. Bien qu'il s'agisse de l'approche la moins coûteuse en termes de calculs, l'absence d'hétérogénéités des matériaux aux échelles de longueurs inférieures ne permet pas d'étudier les relations structure-propriétés. La modélisation à d'autres échelles inférieures permet de tenir compte explicitement des caractéristiques microstructurelles.

#### **V.3.1 Élaboration d'un protocole de génération d'une microstructure équivalente**

##### **V.3.1.1 Approche infructueuse par tomographie**

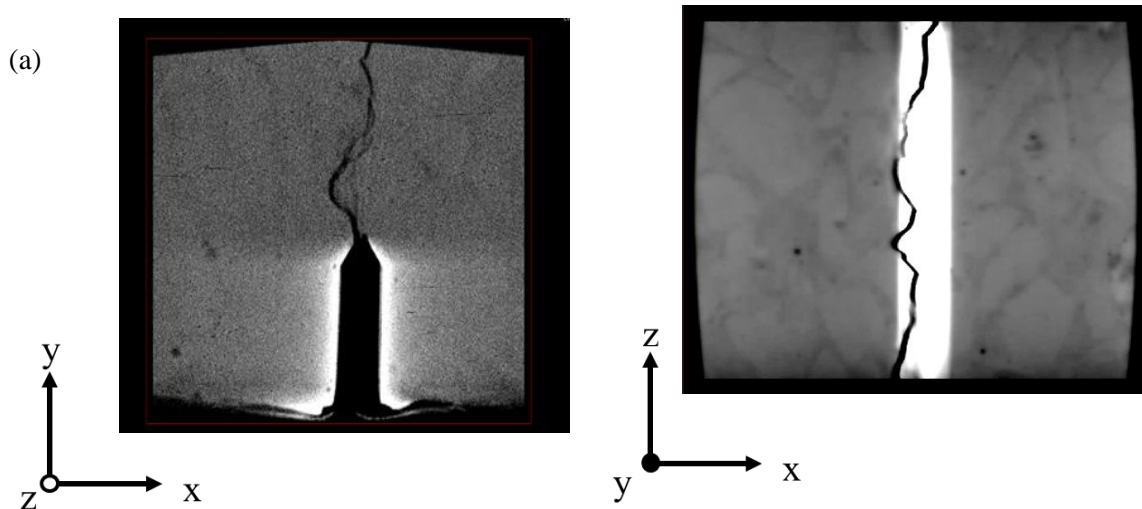
La tomographie à rayons X (XCT) a été utilisée pour décrire de manière réaliste les hétérogénéités « mésoscopiques » dans le béton. Après les essais de flexion, la partie centrale de deux poutrelles (P2 et P6) a été découpée soigneusement (voir Figure V.9) et scannée dans trois tomographes différents (Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse Imft, Centre Européen de Recherche et d'Enseignement des Géosciences de l'Environnement CEREGE et Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique LMA). Les scans ont été réalisés avec des paramètres d'acquisition similaires (tension de 140 kV, puissance de 10 W et un temps d'acquisition entre 4 et 5 heures).





Figure V.9 Partie centrale de poutrelles de dimensions ( $8 \times 8 \times 9 \text{ cm}^3$ ) découpée après les essais de flexion 3 points.

Les résultats de ces scans sont présentés dans la Figure V.10. Il s'avère que la résolution de la tomographie est insuffisante en raison du poids ( $\sim 2 \text{ kg}$ ) et de la taille conséquente du bloc de béton ( $8 \times 8 \times 9 \text{ cm}^3$ ) et de la courte durée de la scannographie. Par conséquent, cette résolution ne permet pas de bien séparer le squelette granulaire et de procéder à une segmentation de phase ultérieure à l'aide d'algorithmes de traitement d'image avancés, comme on espérait. Pour avoir des résolutions suffisantes, il faudrait augmenter la durée de scans à 16 heures comme mentionnée dans [228].



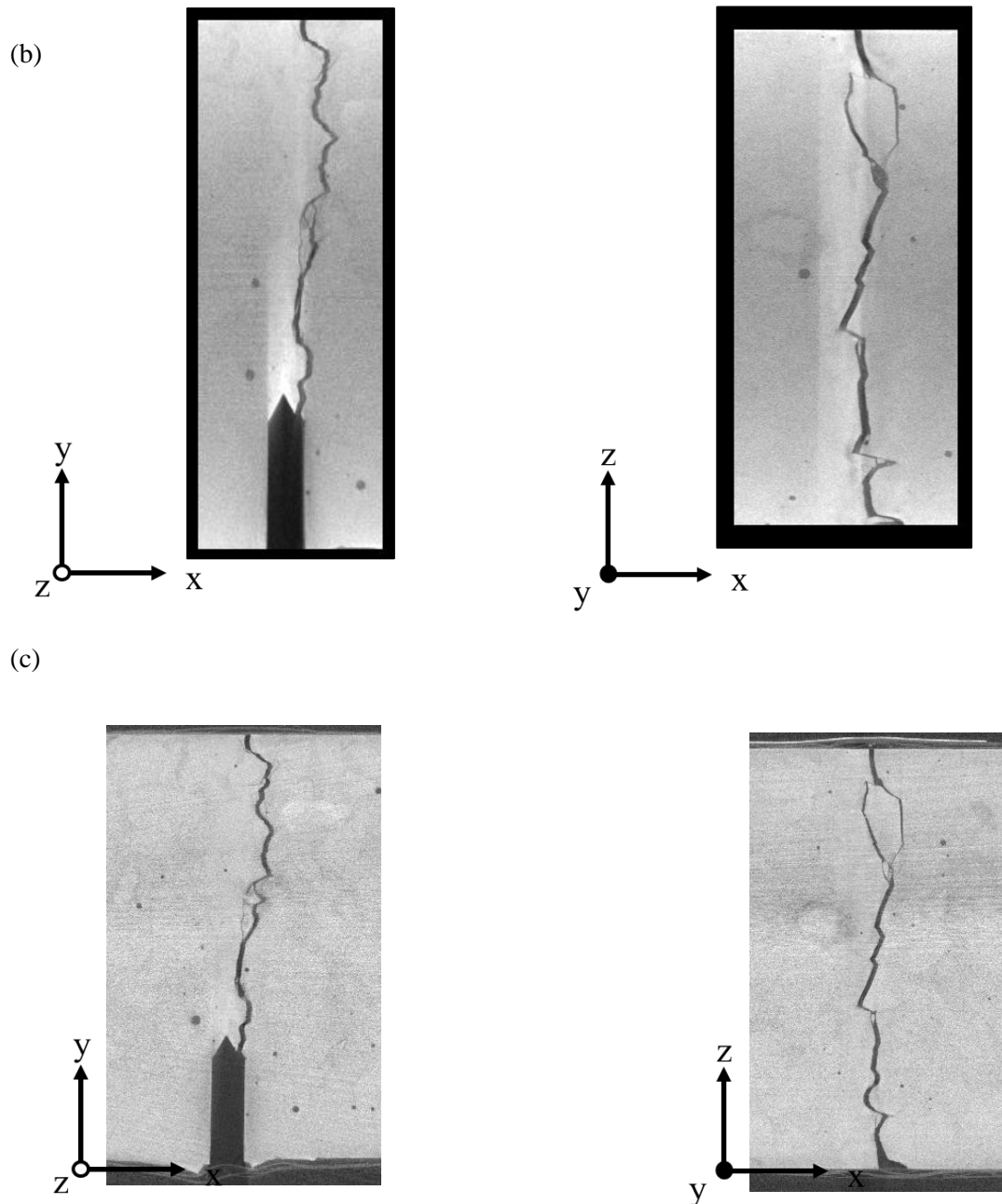


Figure V.10 Scan XCT de la zone centrale des éprouvettes : (a) P2 ; (b) P6 et (c) P6 après les essais de flexion trois points réalisés au CEREGE, l'IMFT et LMA respectivement (à gauche : section xy et à droite : section xz).

### V.3.1.2 Approche fructueuse par génération d'un milieu aléatoire

Comme les résultats expérimentaux des essais de flexion trois points ont montré que la propagation de fissure a lieu uniquement dans la zone centrale des poutrelles, cette observation permet aussi de simplifier le calcul, en considérant cette zone privilégiée à la fissuration et par la suite d'y introduire des éléments cohésifs (zone hétérogène biphasique). Ainsi, les deux zones, de part et d'autre de la zone hétérogène, sont considérées comme un matériau homogène où un comportement élastique isotrope est attribué (voir Figure V.11).

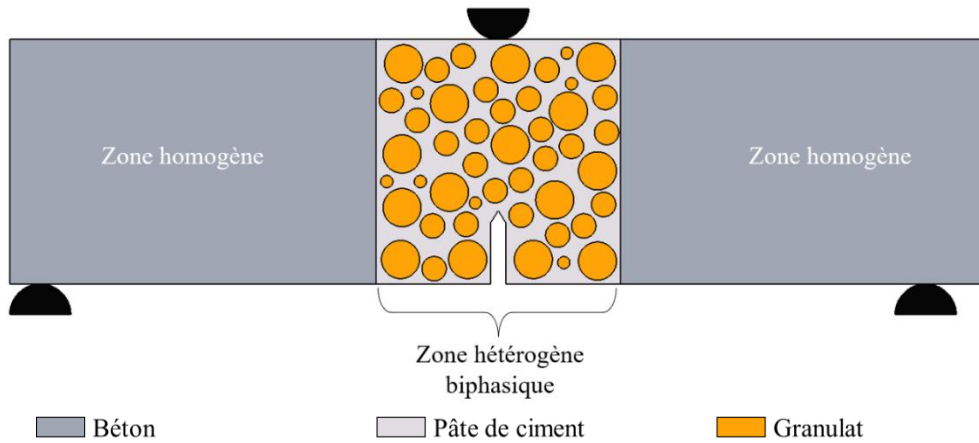


Figure V.11 Schéma de la poutrelle en béton divisée en trois parties : deux homogènes et une hétérogène (biphasique) décrite comme dans la région médiane avec des éléments cohésifs définis entre les mailles des différentes phases.

Le squelette granulaire est créé uniquement dans la zone hétérogène ( $8 \times 8 \text{ cm}^2$ ) tout en respectant la courbe granulométrique expérimentale des poutrelles (voir Figure V.2) et la fraction volumique des granulats (50%). En considérant que l'essentiel de la ténacité apparente du béton était lié à la proportion de surface spécifique d'interface matrice/granulat rencontrée par la fissure, il n'a pas été accordé d'importance à la forme des granulats. Un béton numérique 2D avec des inclusions circulaires a été généré. Pour la génération du tirage des inclusions, trois classes de taille de granulats sont choisies, avec des diamètres  $D$  respectivement égaux à :  $D = 4 \text{ mm}$ ,  $8 \text{ mm}$  et  $12,5 \text{ mm}$  (voir Figure V.12). Un algorithme de type Random Sequential Adsorption (RSA) a été utilisé avec une distance de répulsion de l'ordre d'une vingtième du plus petit diamètre d'inclusions ( $0,2 \text{ mm}$ ).

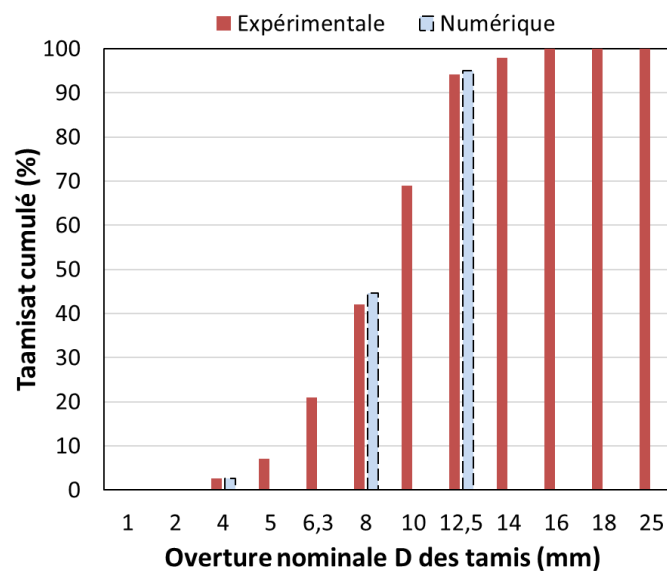


Figure V.12 Courbe granulométrique résultante du remplissage du ROI, comparée à la distribution expérimentale.

À la fin de cette étape, un fichier contenant les rayons  $r$  des particules et leurs coordonnées  $(x, y, z)$  est obtenu. Il est ensuite utilisé pour créer un fichier d'extension « \*.geo » nécessaire pour la construction de la géométrie de la zone biphasique hétérogène. Dans une deuxième étape, ce fichier est complété afin de reconstruire le maillage GMSH complet des poutrelles (voir Figure V.13).

La Figure V.13 illustre le maillage utilisé pour la simulation numérique des essais de flexion trois points sur poutrelles. Afin de maintenir un coût de calcul à un niveau raisonnable, un maillage uniforme est utilisé dans les trois zones (homogènes et hétérogène) : un maillage régulier avec une taille caractéristique de 2 mm est utilisé. Le calcul est réparti en mémoire distribuée sur 52 processeurs dont 36 sont affectés pour la résolution de la zone hétérogène biphasique.

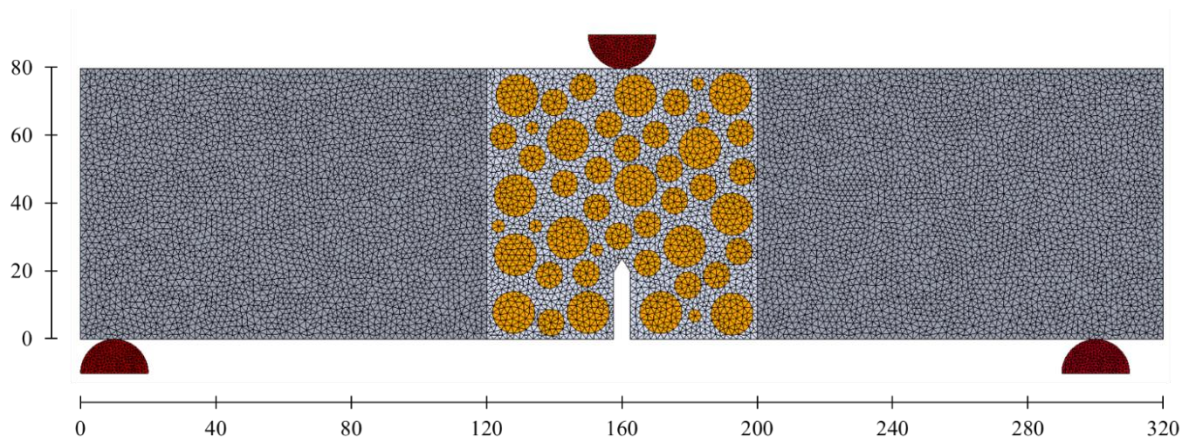
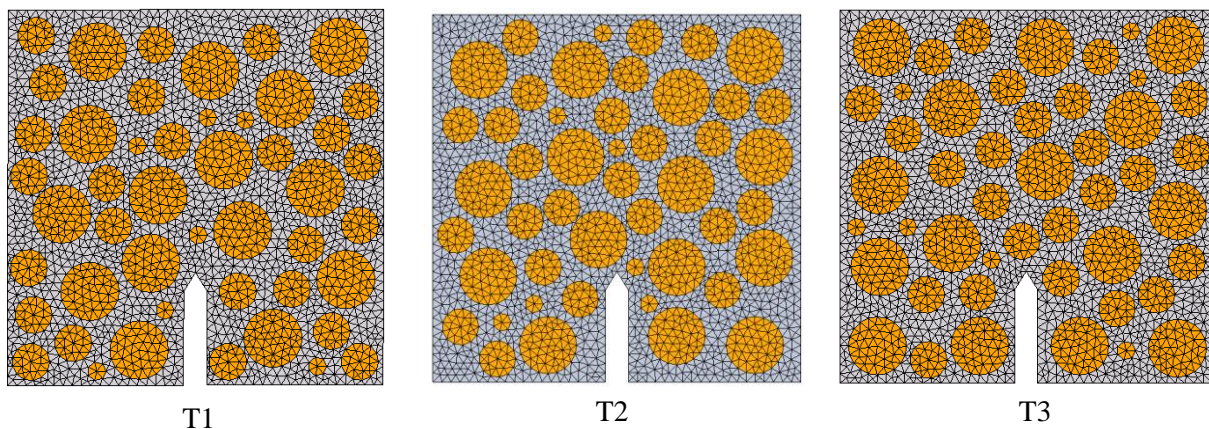


Figure V.13 Maillage considéré pour les poutrelles sous flexion trois points (taille caractéristique de maille égale 2mm).

Dix tirages différents des granulats ont été réalisés en respectant la fraction volumique de chaque classe des granulats (voir Figure V.14). Au total, la stratégie de calculs décrite ci-dessus a nécessité entre 187000 et 190000 heures de calculs sur cluster pour l'ensemble des dix simulations.



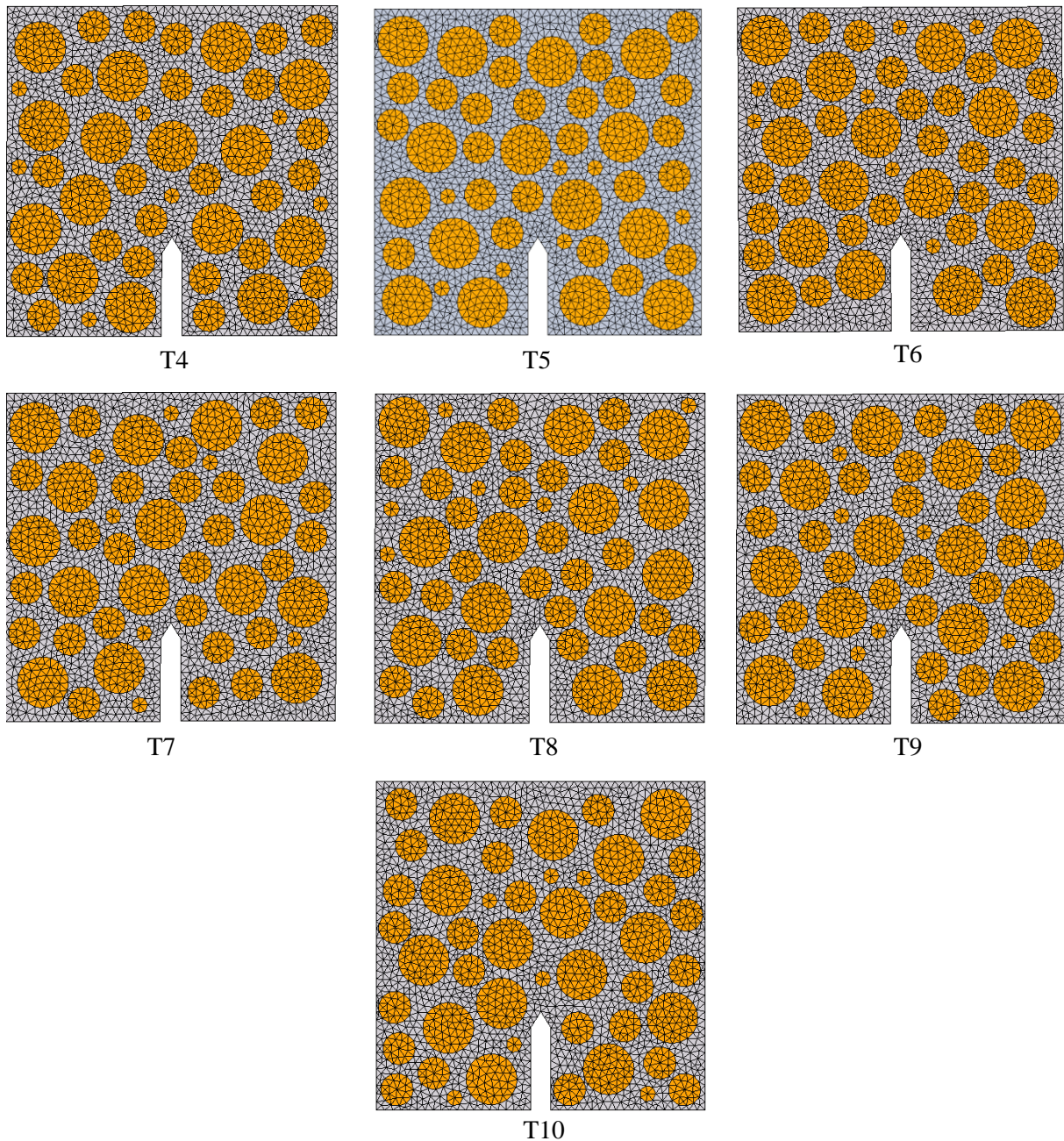


Figure V.14 Maillages de 10 tirages aléatoires de distribution granulaire réalisés avec GMSH.

### V.3.1.3 Choix des conditions aux limites et des paramètres numériques du modèle

Afin de modéliser au plus près des conditions expérimentales, une vitesse de déplacement vertical est imposée sur l'appui de chargement (voir Figure V.15) qui transmet le chargement par contact à l'éprouvette. De même, pour l'essai de flexion trois points modélisé à l'échelle locale, la vitesse de chargement croît au cours du temps en suivant une rampe avec une accélération de chargement constante  $\gamma_c$  et une valeur maximale de vitesse égale à  $10 \mu\text{m/s}$  (voir section IV.3.1.1). Cependant, pour les appuis inférieurs, des conditions aux limites de type Dirichlet sont imposées sur les cylindres qui transmettent par contact une énergie mécanique à l'éprouvette.

En dehors de la zone hétérogène, un modèle élastique pur est considéré. Les paramètres élastiques sont obtenus par une technique d'homogénéisation classique de type « Mori-Tanaka » [171] des paramètres élastiques des constituants (Annexe VII.5).

Dans la zone centrale hétérogène, on aura besoin des zones cohésives pour enrichir le modèle et suivre l'évolution de l'endommagement et de la fissuration de l'éprouvette. Ainsi, un comportement élastique endommageable est considéré dans la matrice cimentaire et les granulats. Ce dernier est rendu possible avec l'approche Eléments Finis Cohésifs Volumiques (EFCV). La partie élastique est portée par les Eléments Finis alors que l'endommagement est décrit à travers la loi cohésive implémentée au niveau de toutes les interfaces entre les éléments de maillage. Cette stratégie est illustrée sur la Figure V.15. Les paramètres élastiques et cohésifs attribués aux Eléments Finis et à leurs interfaces sont ceux identifiés à l'échelle locale (cf. section IV.3). Les paramètres indispensables à la simulation de l'essai de flexion trois points sur les poutrelles, en respectant le maillage choisi, sont résumés dans la Table V.4. Afin d'éviter de faux effets de concentration de contraintes numériques, les supports accueillant les appuis et celui à partir duquel le chargement est appliqué, sont modélisés, de manière élastique avec des propriétés mécaniques « classiques » de l'acier.

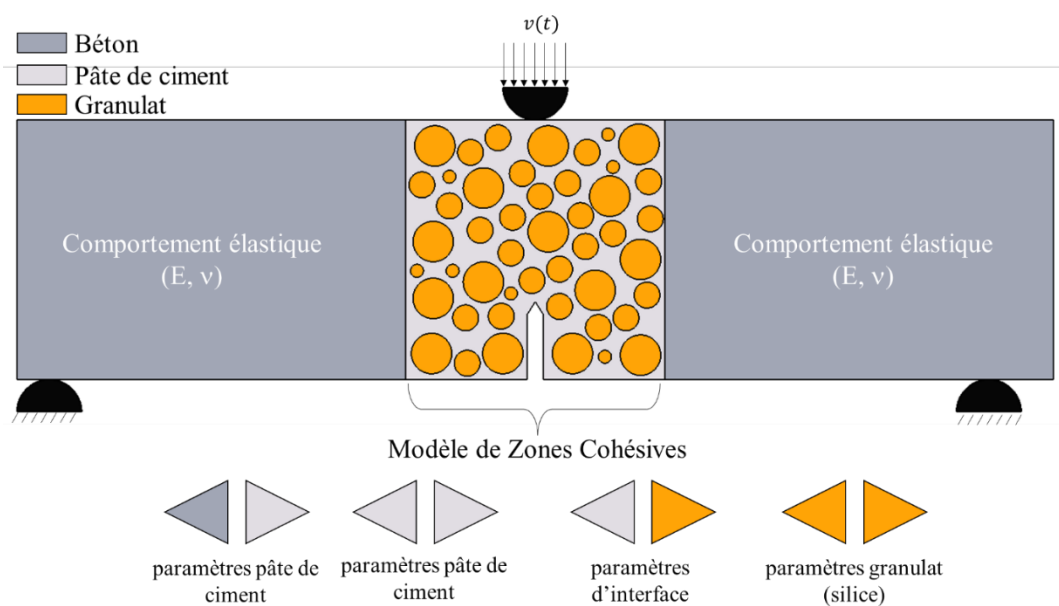


Figure V.15 Loi de comportement attribuée aux différentes zones du maillage (homogènes et hétérogènes) et illustration de l'insertion des paramètres cohésifs entre l'interface des éléments de pâte de ciment, granulat et le contact entre pâte de ciment et granulat (interface).

		Paramètres élastiques		Paramètres cohésifs					
		$E$ (GPa)	$\nu$	$C_N$ (MPa/m)	$\sigma_N$ (MPa)	$w_N$ (J/m <sup>2</sup> )	$C_T$ (MPa/m)	$\sigma_T$ (MPa)	$w_T$ (J/m <sup>2</sup> )
Béton (zone homogène)		37	0,2	-	-	-	-	-	-
Acier		210	0,3	-	-	-	-	-	-
Zone hétérogène	Pâte de ciment	20	0,2	$7,7 \times 10^{11}$	3,1	20	$9,8 \times 10^{11}$	6,5	60
	Interface	-	-	$6,7 \times 10^{11}$	1	7	$8,8 \times 10^{11}$	3,2	30
	Granulat	70	0,22	$1,2 \times 10^{13}$	$6 \times 10^2$	$10^5$	$5,1 \times 10^{13}$	$1,2 \times 10^3$	$10^6$

Table V.4 Bilan des paramètres élastiques et cohésifs considérés pour la modélisation des poutrelles sous flexion trois points à l'échelle mésoscopique.

### V.3.2 Résultats des modélisations numériques

Cette section présente les résultats de simulations 2D en considérant dix mésostructure de la zone centrale de poutrelles. Les réponses mécaniques macroscopiques de force en fonction du déplacement verticaux sont illustrées dans la Figure V.16. La réponse globale démontre un comportement quasi-fragile. Des différences négligeables sont ainsi constatées dans la rigidité de l'échantillon pour l'ensemble des simulations (voir Figure V.16). Cependant, il y a des différences plus importantes au niveau du comportement adoucissant : 8% pour l'énergie de rupture et 2% la résistance à la rupture (voir Table V.5).

Tirage	Force à la rupture (kN)	Energie de fissuration (J/m <sup>2</sup> )
T1	3,10	58,4
T2	3,14	62,7
T3	3,31	73,7
T4	3,27	63,1
T5	3,23	68,6
T6	3,20	69,5
T7	3,29	70,8
T8	3,14	62,0
T9	3,23	68,5
T10	3,07	53,1
Moyenne	3,21	65,0
Écart (KN)	0,07	5,2
Écart (%)	2,09 %	8 %

Table V.5 Valeurs des forces à la rupture et énergies de fissuration pour les différentes mésostructure.

Comme l'indique la Table V.5, la résistance moyenne à la rupture est égale 3,21 kN et l'énergie de fissuration moyenne est de 65J/m<sup>2</sup>. Le faible effet de la distribution granulaire sur la partie élastique justifie a posteriori l'utilisation de zones homogènes en dehors de la zone concernée par la fissuration. En revanche, elle a un effet plus significatif sur la propagation des fissures et l'énergie de fissuration.

La Figure V.17 illustre les différents chemins de fissuration prédits pour les dix tirages. Sur la base de ces résultats, une seule fissure se propage essentiellement au centre de la zone centrale hétérogène.

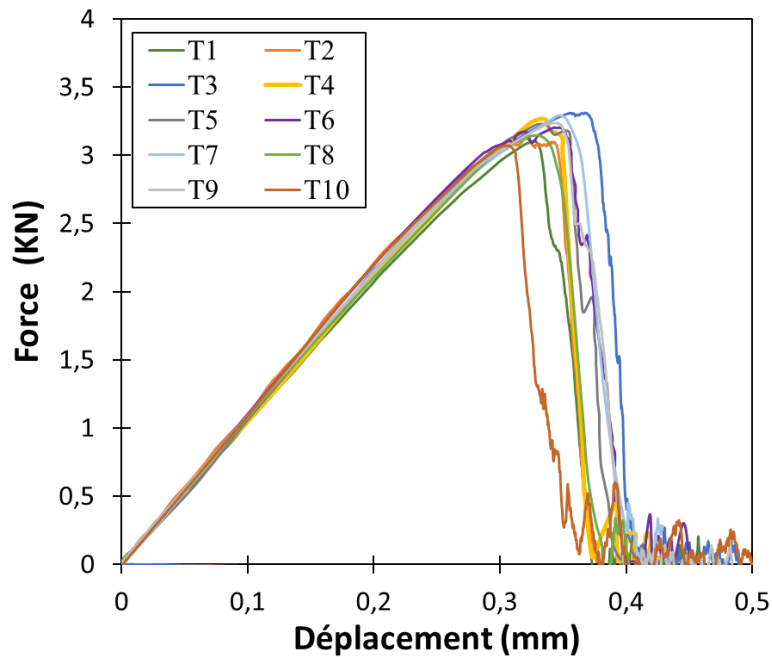
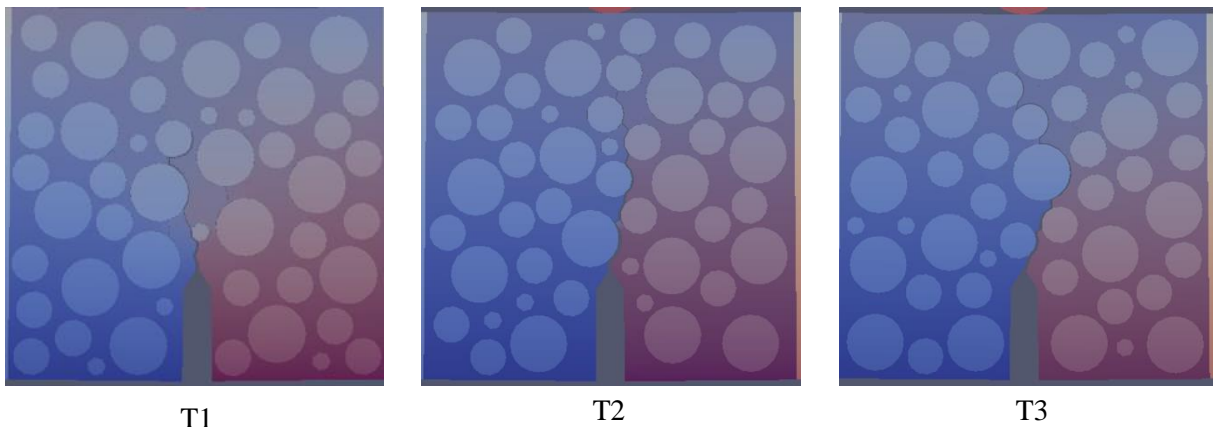


Figure V.16 Courbes des réponses mécaniques force/déplacement pour les dix mésostructures des poutrelles pré-entailées sous flexion trois points.

De plus, on peut observer que l'initiation de la fissure se fait au niveau de point d'entaille et se propage dans la zone hétérogène en contournant les granulats. Cette diversité des trajectoires de fissuration ainsi obtenue explique la fluctuation de la ténacité (voir Table V.5). En d'autres termes, la variabilité de la ténacité est liée indirectement à la tortuosité de fissure.





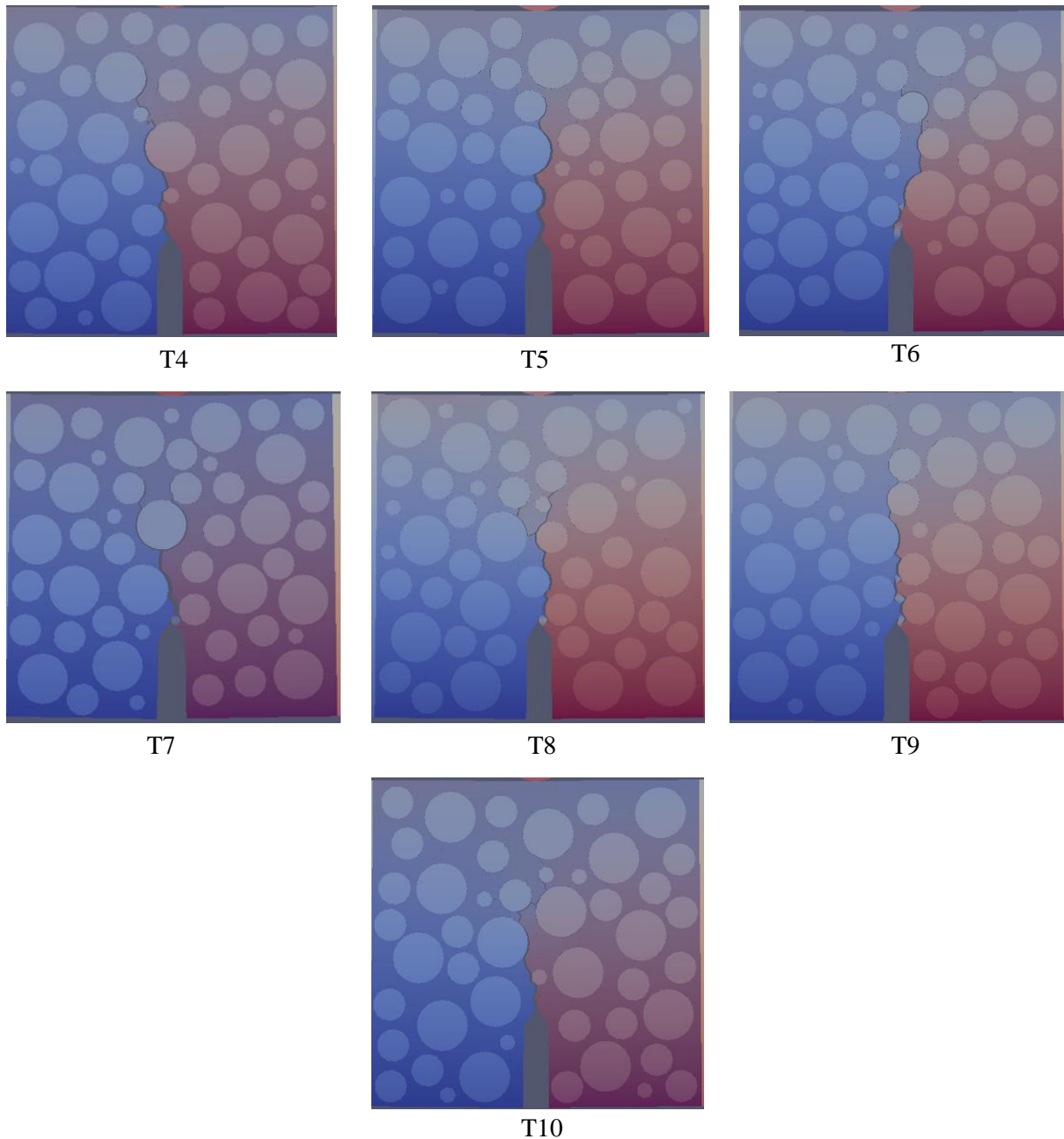


Figure V.17 Chemins de fissurations des poutrelles dans la zone hétérogène pour les dix tirages testés.

La tortuosité est définie comme le rapport entre la longueur de la fissure et la longueur de sa projetée sur la section de l'échantillon dans la direction parallèle au sens de propagation de la fissure. Une telle caractérisation est numériquement accessible par analyse d'image. La longueur de la fissure est obtenue comme la plus grande longueur de la fissure principale. La tortuosité est obtenue en divisant cette longueur par sa projetée. La corrélation entre la ténacité et la tortuosité des fissures est établie dans la Figure V.18. On observe que plus le chemin de fissure est tortueux, plus l'énergie nécessaire pour rompre l'éprouvette est élevée.

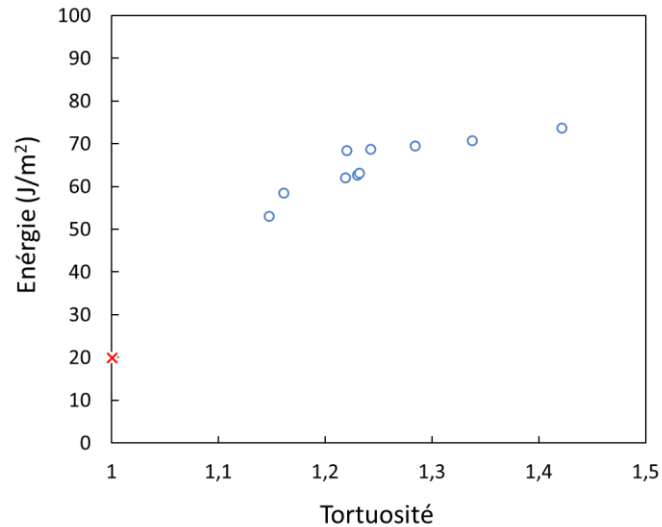


Figure V.18 Relation entre la tortuosité et l'énergie de fissuration (les marques rondes en bleu correspondent aux énergies de 10 tirages et la croix rouge correspond à l'énergie de fissuration en mode I de la matrice).

### V.3.3 Confrontations expérimentales et numériques

L'enveloppe des courbes force/déplacement des simulations numériques est comparées à l'enveloppe des courbes expérimentales dans la Figure V.19. On constate la bonne représentativité du modèle. Sur la base de cette confrontation, on constate que le comportement élastique expérimental représente une dispersion plus prononcée que le comportement élastique numérique, avec des valeurs toutefois proches pour les deux aspects. En comparant la résistance mesurée ( $F_{Rupt}^{moy} = 2,60$  kN) à celle estimée numériquement ( $F_{Rupt}^{moy} = 3,2$  kN avec un écart de 0,2 kN), le modèle a tendance à surestimer la résistance des poutrelles probablement parce que le modèle numérique ignore la présence des défauts dans les poutrelles (pores, pré-endommagement).

En ce qui concerne le comportement post-rupture, la même dispersion expérimentale et numérique est observée avec des déplacements à la rupture égaux, ce qui peut s'expliquer par l'impact de la distribution spatiale des granulats pour une compacité granulaire identique. En revanche, une différence d'allure est observée à la fin de rupture (frottement).

En conclusion, les réponses mécaniques globales obtenues numériquement attestent que le modèle est capable de retranscrire la réponse mécanique expérimentale du béton étudié à l'échelle mésoscopique.

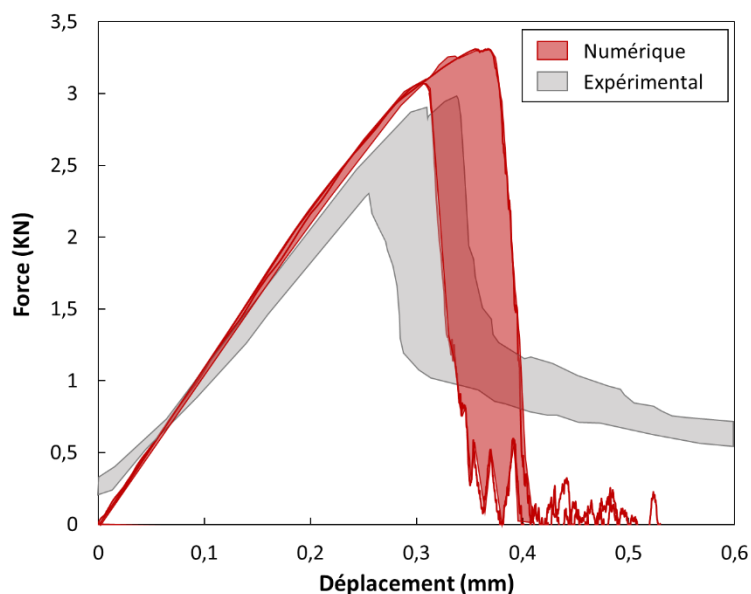


Figure V.19 Superposition des enveloppes des réponses mécaniques force-déplacement expérimentales (en gris) et numériques (en rouge).

## V.4 Conclusion

Les essais présentés dans cette section ont été menés dans le but de tester la fiabilité d'une prédiction de fissuration des poutrelles en béton à une échelle mésoscopique, entre l'échelle de l'interface et l'échelle VER, à partir des calibrations des paramètres numériques effectuées à l'échelle de l'interface (cf. chapitre IV).

Pour cela, une campagne d'essai de flexion trois points est réalisée sur des poutrelles. Des protocoles de fabrication des éprouvettes et de l'essai mécanique ont été mis en place. L'essai réalisé sur la machine MTS avec une vitesse de chargement de  $10\mu\text{m/s}$ , ce qui permet une rupture stable et lente de l'éprouvette. Après essai, la zone centrale de propagation de fissure est scannée par tomographe afin d'en extraire la géométrie réelle (squelette granulaire) et permettre un maillage éléments finis pour une prédiction réaliste du comportement mécanique. Cependant, les dimensions de l'échantillon ( $8\times 8\times 9\text{cm}^3$ ) rendent difficile ce scan avec une bonne résolution et le contraste souhaité. Ainsi afin de réaliser ces prédictions, un modèle « béton numérique » a été proposé pour la construction du maillage de la mésostructure. Par la suite, le modèle cohésif a été appliqué à l'échelle mésoscopique afin de simuler ces essais. Dix tirages de mésostructure sont réalisés en respectant la granulométrie réelle. Les réponses macroscopiques numériques obtenues attestent par leur variabilité de l'importance de considérer de la mésostructure et notamment la distribution spatiale des granulats. **Le bon accord entre les réponses mécaniques obtenues par simulation numérique et expérimentalement montre la pertinence du modèle d'endommagement appliqué à l'échelle mésoscopique** et ce malgré l'aspect 2D de la modélisation et l'idéalisation des granulats sous forme circulaire. Néanmoins, ces aspects sont à l'origine de la surestimation de la résistance des éprouvettes rencontrée numériquement. Comme piste

d'amélioration pour la suite, il est proposé de s'appuyer sur des simulations numériques 3D réalistes de l'essai de flexion trois points en se basant sur la calibration 3D des paramètres cohésifs à l'échelle locale.

Par ailleurs, un des objectifs de cette thèse est d'appliquer le modèle prédictif multi-échelle du comportement du béton, développé et appliqué dans les chapitres IV et V sur des matériaux sains, sur les matériaux atteints de RSI. Pour ce faire, des investigations expérimentales multi-échelle sont nécessaires à l'échelle locale et mésoscopique afin de caractériser la RSI et d'identifier les conséquences physiques, chimiques et mécaniques engendrées par ce développement. Les résultats obtenus sur cette caractérisation multi-échelle des échantillons atteints de RSI seront présentés respectivement au chapitre VI.

**VI. Chapitre 6 : Évolution des propriétés microstructurales, physico-chimiques et mécaniques du béton dégradé par la RSI dans une démarche multi-échelle**

## VI.1 Introduction

Depuis plus de trente ans, les recherches investiguées sur la dégradation du béton provoquée par la RSI désignent la présence d'un hydrate dans la pâte de ciment comme responsable de ces dommages (cf. section VII.4.2.3). L'hydratation de l'ettringite provoque sa cristallisation sous forme d'aiguilles visibles au microscope optique ou électronique. La principale différence entre l'ettringite trouvée dans une pâte de ciment saine et celle endommagée par la RSI est le moment où l'ettringite est apparue pour la première fois. L'ettringite primaire se forme normalement dans un béton pendant le processus d'hydratation du ciment ce qui ne pose aucun problème jusqu'à ce qu'elle soit déstabilisée. L'ettringite qui se forme tardivement dans le processus d'hydratation et de durcissement de la matrice cimentaire est susceptible de causer des dégradations au béton (cf. section I.2.2.4). Ce dommage peut se produire ou pas avec une intensité plus ou moins élevée dépendant de divers paramètres connus (cf. section I.2.2). De surcroît, la plupart des études expérimentales sur la RSI sont réalisées sur un volume élémentaire représentatif composé de béton ou de mortier. Le développement de cette pathologie à des échelles plus petite, comme au niveau de l'interface, reste peu abordé dans la littérature. Dans cette thèse, une approche multi-échelle est proposée afin d'étudier l'influence de la formation tardive d'ettringite sur les mécanismes d'endommagement du béton et sur l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux pathologiques vis-à-vis des échantillons sains de référence.

La première partie de ce chapitre est consacrée à la caractérisation du développement de la RSI au travers de visualisations microscopiques, d'analyses chimiques, du suivi des propriétés mécaniques à l'échelle locale avec des échantillons parallélépipédiques ( $1 \times 1 \times 3 \text{ cm}^3$ ) afin de mieux comprendre les mécanismes de cette pathologie. Cette compréhension permet ensuite d'établir les paramètres cohésifs de la pâte de ciment et de l'interface atteinte de la RSI. Une seconde partie est dédiée à la caractérisation mésoscopique de la dégradation du béton, en réalisant des mesures d'expansions et des essais mécaniques sur des éprouvettes cylindriques ( $11 \times 22 \text{ cm}$ ) et des poutrelles ( $8 \times 8 \times 32 \text{ cm}^3$ ).

Dans chaque partie, le programme expérimental retenu est présenté en définissant le protocole expérimental dédié au conditionnement et à la conservation des échantillons sollicités au jeune âge pour susciter le déclenchement de la RSI aux deux échelles. Pour chaque échelle, le programme expérimental mis en place se décline en deux parties :

- une première partie explique le traitement hydro-thermique préconisé au jeune âge pour chaque type d'éprouvette et le mode de conservation associé ;
- la seconde partie est dédiée au suivi et à la caractérisation multi-échelle de la dégradation du béton, en réalisant des observations microstructurales au Microscope à Balayage Electronique (MEB) et au micro-tomographe ( $\mu\text{CT}$ ), une caractérisation chimique à la Spectrométrie à Dispersion d'Energie (EDS) et à la Diffractométrie aux Rayons X (DRX). Une nouvelle technique pour mesurer le gonflement des éprouvettes a été mise en œuvre à l'aide d'un microscope numérique.

Pour évaluer l'impact de la pathologie sur les propriétés mécaniques, des essais mécaniques sont également réalisés sur les éprouvettes dégradées aux deux échelles d'étude.

## **VI.2 Échelle locale**

Cette section est consacrée aux protocoles de dégradation RSI et des essais de caractérisations des échantillons de pâte de ciment et composites. Ces échantillons sont réalisés avec sur la même coulée que les échantillons sains (cf. chapitre III) mais ils subissent un traitement hygro-thermique au jeune âge afin d'initier le déclenchement de la RSI. Les techniques de caractérisation de l'avancement de la RSI (mesure d'expansion, MEB-EDS, DRX et  $\mu$ CT) et les résultats d'essais de caractérisation mécanique sont présentés ci-dessous. De ce fait, trois séries d'éprouvettes ont été coulées dont la première est dédiée à la mesure des expansions, la deuxième à la caractérisation mécanique et la troisième aux caractérisations ( $\mu$ CT, MEB-EDS et DRX) des éprouvettes RSI. Une synthèse de ces résultats permet de dégager les principales tendances.

### **VI.2.1 Protocole de dégradation RSI**

L'accélération de la RSI est essentiellement obtenue en maximisant la quantité d'ettringite déstabilisée au jeune âge. Cette dernière est dépendante de l'histoire thermique subie par l'éprouvette au jeune âge. Le ciment utilisé présente une composition favorisant la RSI (cf. section III.3.1), dans ce cas le profil thermique dans les éprouvettes au jeune âge devient le facteur clé pour le déclenchement de la pathologie. La difficulté principale réside dans l'adaptation du traitement thermique en fonction de la taille de l'éprouvette. Dans la littérature, ces cycles sont clairement identifiés pour des éprouvettes cylindriques (11x22 cm) [129] et des prismes de mortier (4x4x16 cm<sup>3</sup>) [136]. Cependant, les protocoles de dégradation RSI sont toujours en cours d'évaluation pour des éprouvettes de taille millimétrique ou de grandes tailles (blocs RSI de la plateforme expérimentale ODE à l'IRSN à Cadarache) [171].

Jebli [129] et El Bitouri [68] ont testé, pour des échantillons centimétriques, deux cycles thermiques avec des températures de cure de 80°C pendant 2 heures et 85°C pendant 1 heure. La température de 85°C provoque la décohésion du composite à l'interface pâte/granulat, comme en témoigne la Figure VI.1. Les échantillons sont endommagés prématurément avec une perte de la tenue mécanique due au cycle thermique trop agressif par rapport à la dimension des échantillons. Un cycle thermique de 31 heures avec un palier de 2 heures à 80°C a été retenu pour les éprouvettes à l'échelle locale.

Dans cette thèse, le cycle thermique retenu diffère de celui de Jebli uniquement sur la phase I de pré-prise : une durée de trois heures est préconisée au temps de prise du ciment CEM I Beffes (voir fiche technique VII.1.1) contre une heure pour Jebli avec le ciment CEM I Beaucaire.



Figure VI.1 Fissuration des composites après le cycle thermique de 85°C pendant 2 heures [129].

Illustré sur la Figure VI.2, le cycle thermique utilisé d'une durée totale de 31 heures, comporte quatre phases pendant lesquelles l'humidité relative (HR) est maintenue proche de la pression de vapeur saturante (HR = 98%) :

- Phase I (pré-prise) : après la confection, les éprouvettes (encore dans leur moule) sont placées pendant 1 heure directement dans une enceinte climatique où la température est réglée à 20°C ;
- Phase II (échauffement) : une montée progressive en température de 20°C à 80°C, avec une vitesse de montée en température de l'ordre de 5°C/h, est appliquée. L'humidité est toujours maintenue à 98% pendant ces 12h ;
- Phase III (palier) : les éprouvettes sont maintenues à 80°C durant 2 heures ;
- Phase IV (refroidissement) : Les éprouvettes sont refroidies dans l'enceinte, avec une diminution de la température de 5°C/h ; la descente dure 12 heures.
- Phase V (palier) : les éprouvettes sont maintenues à 20°C durant 2h.

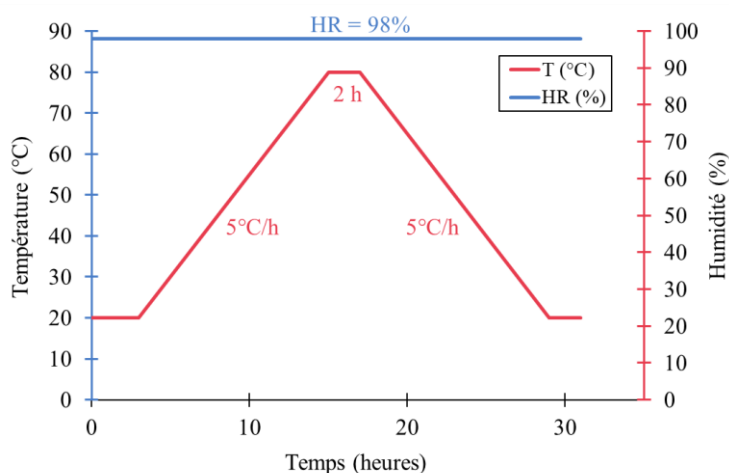


Figure VI.2 Echelle locale : traitement hygro-thermique appliqué aux éprouvettes RSI.

Plusieurs séries sont coulées pour réaliser les différents essais de caractérisation (essais mécaniques, mesure de gonflement, MEB, DRX et micro-tomographie aux rayons X). Deux enceintes climatiques sont ainsi utilisées (cf. Annexe VII.2) : l'enceinte « Memmert – CTC 256 » du LMGC à la halle de



Montpellier et l'enceinte « Weiss » du service SEREX à l'IRSN à Cadarache. La Figure VI.3 montre les profils des cycles hydro-thermiques appliqués respectivement par les enceintes climatiques du LMGC et de l'IRSN (SEREX-Cadarache). On observe que les deux enceintes respectent bien les phases I, II et III. Cependant, l'enceinte du LMGC présente une fluctuation de l'humidité, entre 80% et 98%, pendant la phase IV de refroidissement, qui n'est pas présente avec l'enceinte de Cadarache. Ceci peut donc créer un endommagement additionnel dans les éprouvettes. Cette fluctuation est due au système d'évacuation de vapeur chaude dans la chambre de l'enceinte.

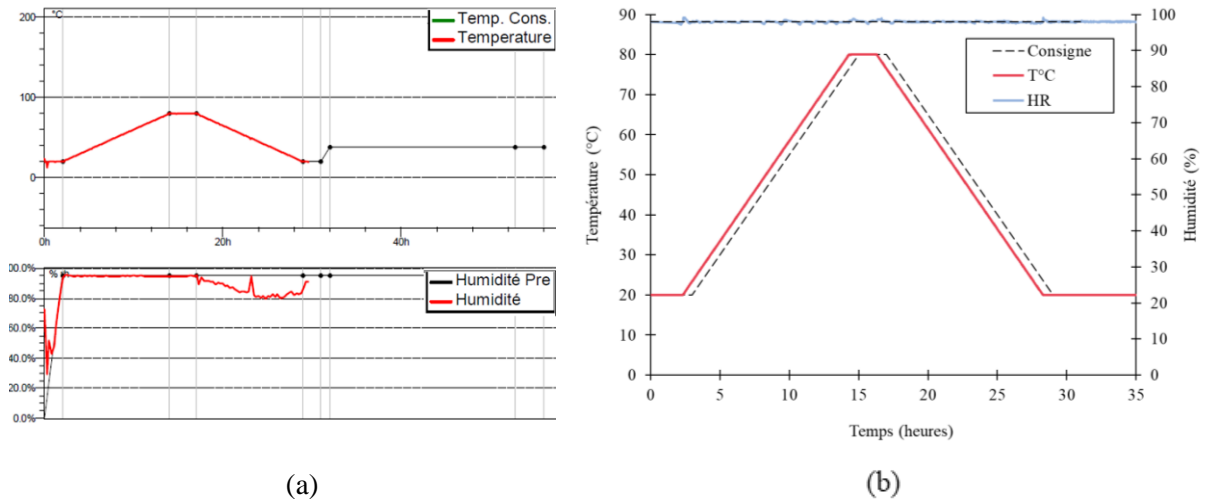


Figure VI.3 Cycle hydrothermique appliqué par les enceintes climatiques du : (a) LMGC ; (b) IRSN-SEREX.

Afin de remédier à ce problème d'humidité de l'enceinte du LMGC, les échantillons sont mis dans un dessiccateur plein d'eau et des bacs remplis d'eau sont placés au fond de l'enceinte (voir Figure VI.4(a)). Cette solution assure un environnement saturé en humidité pour les échantillons tout au long du cycle. En revanche, cette étape n'a pas été réalisée avec l'enceinte du SEREX du fait de la stabilité des consignes dans ce dernier.

Après le traitement hydrothermique, les éprouvettes sont démoulées et immergées dans de l'eau déminéralisée à 38°C. L'eau est maintenue à 38°C à l'aide d'un thermoplongeur qui régule la température (voir Figure VI.5). Toutes les deux semaines, de l'eau est ajoutée au bac de conservation avec une vérification du pH (pH environ 12) avant et après l'ajout de l'eau.



(a)



(b)

Figure VI.4 (a) Echantillons coulés dans les moules en silicone mis dans les dessiccateurs et placés dans l'enceinte climatique (LMGC) avec des bacs d'eau en bas de l'enceinte ; (b) Echantillons placés dans l'enceinte Weiss de l'IRSNI.



(a)



(b)

Figure VI.5 Bac de vieillissement avec thermoplongeur réglé à 38°C : (a) au LMGC et (b) à l'IRSNI.

## VI.2.2 Suivi des expansions

Dans les travaux antérieurs de Jebli [129] et Tlajji [239], la méthodologie de mesure des expansions sur les échantillons consiste à déposer un mouchetis sur les échantillons puis à photographier l'échantillon (par microscope optique ou par caméra rapide haute résolution) au cours de la dégradation. Les mesures étant faites par un logiciel informatique qui estime la distance entre certains points auparavant identifiés (voir Figure VI.6).

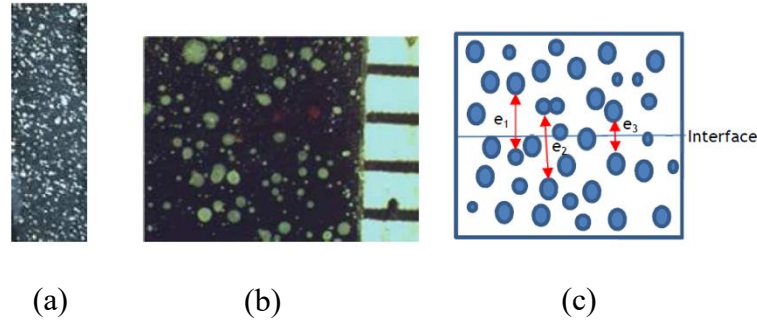


Figure VI.6 (a) Composite avec mouchetis ; (b) Zoom du mouchetis au niveau de l'interface ; (c) Méthode de la mesure d'expansion [129].

Le mouchetis est appliqué par projection de peinture blanche sur la surface de l'échantillon, teintée préalablement en noir.

Jebli [129] a pris les mesures de la pâte de ciment pure et du composite pâte de ciment-granulat et a calculé les déformations de l'interface  $\varepsilon_i$  grâce à six mesures longitudinales pour chaque jour de conservation établie ( $t$ ), sur le même échantillon avec la formule suivante :

$$\varepsilon_i(t) = \frac{\Delta l_i(t)}{l_{i0}} = \frac{\Delta l_c - \Delta l_p}{l_{i0}} = \frac{\varepsilon_c \times l_{c0} - \varepsilon_p^{ref} \times l_{p0}^{comp}}{l_{i0}} \quad (VI.1)$$

avec  $\Delta l_i$  le gonflement d'interface,  $\Delta l_c$  le gonflement du composite,  $\Delta l_p$  le gonflement de la pâte de ciment pure,  $l_{i0}$  la longueur initiale de l'interface,  $l_{p0}$  la longueur initiale de la pâte de ciment,  $l_{p0}^{comp}$  est la longueur initiale de la pâte de ciment dans le composite,  $\varepsilon_c$  la déformation de composite et  $\varepsilon_p$  la déformation de la pâte de ciment. La différence entre les deux déformations donne la déformation de l'interface, avec comme hypothèse que les granulats ne gonflent pas.

Tlajji [239] a mesuré une longueur  $l_i$  entre deux points bien identifiés au cours du temps. La variation de cette longueur au cours du temps est considérée comme l'expansion liée à la RSI. L'expansion de l'éprouvette est calculée selon la formule :

$$\varepsilon_i(t) = \frac{l_i(t) - l_0}{l_0} \quad (VI.2)$$

où  $i$  représente l'interface,  $l_0$  et  $l_i(t)$  respectivement la mesure de référence à l'état initial et au cours du temps  $t$ . Tlajji a pris quatre mesures sur chaque échantillon de part et d'autre de l'interface (voir Figure VI.7).

Ces méthodes manquent de précision (distorsion optique, parallélisme, luminosité, ...) et ne permettent pas de mesurer les expansions dans le volume. D'un point de vue mécanique, à chaque mesure d'expansion, les échantillons sont retirés de l'eau et, après chaque mesure, sont remis dans l'eau. Dans ce cas, les échantillons subissent à chaque fois un choc hydrique qui génère le mécanisme de séchage. Le séchage, même pour un temps très court, provoque l'endommagement des échantillons. Ainsi, l'expansion mesurée peut être une combinaison de deux effets : la RSI et le retrait.

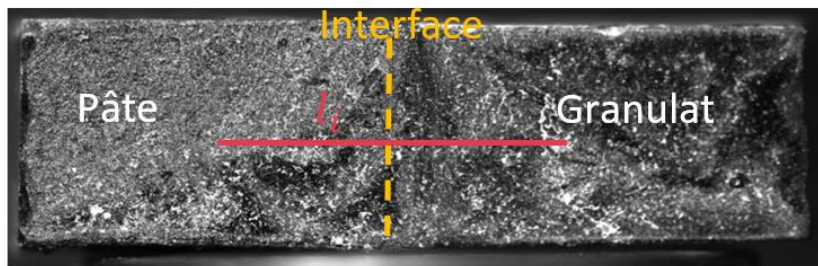


Figure VI.7 Exemple de mesure d'expansions sur un composite dans les travaux de Tlaji [239] ( $l_i$  : longueur entre deux points bien identifiés au cours du temps).

Du fait de la précision requise à l'échelle locale, ces deux méthodes de mesure d'expansion ne sont pas utilisées dans cette thèse. Une **nouvelle technique originale de mesure des expansions** est proposée. Elle consiste à faire des mesures linéaires avec un microscope numérique. Ce microscope de mesure avancée est muni d'un logiciel spécifique multifonctionnel. L'avantage de cette technique est que la mesure se fait directement sous microscope avec le logiciel intégré. Le microscope numérique « Keyence » est le plus avancé. Un test avec Keyence VHX 7000 a été réalisé au SEREX à l'IRSN de Cadarache afin de constater sa précision. Le test est effectué sur des échantillons de pâte pure et composite avec ou sans mouchetis. La Figure VI.8 illustre un test sur des échantillons composites sans mouchetis où les hydrates de la pâte de ciment représentent un mouchetis naturel. Le modèle est l'image de mesure initiale de référence, ce modèle est sauvegardé avec des points de référence et paramètres de positionnement et agrandissement. Sur les images 1, 2 et 3 de la Figure VI.8, trois autres mesures entre les mêmes points de référence sont prises après chargement du modèle dans la mémoire du logiciel afin de pouvoir reconnaître les points de référence. L'erreur de mesure est de 0,1% pour 1 cm de distance.

En se basant sur les études antérieures de Jebli [129] et Tlaji [239], la valeur d'expansion commence à se stabiliser à 100 jours avec un arrêt du gonflement à 120 jours de conservation. Ainsi, la durée de la campagne des mesures d'expansion sur les échantillons sains et pathologiques est fixée à 120 jours. De plus, le nombre des échantillons coulés respecte cette durée avec une mesure sur deux échantillons toutes les deux semaines. Pour réaliser ces mesures, une série d'échantillons est coulée au SEREX à l'IRSN de Cadarache où deux lots sont confectionnés :

- Un lot sain sans traitement thermique au jeune âge. Ce lot est conservé dans l'eau saturée en chaux pendant toute la durée de la campagne de mesure.
- Un lot RSI ayant subi un cycle hygro-thermique dans l'enceinte climatique Weiss à Cadarache. Ce lot est conservé dans un bac avec une eau déminéralisée à 38°C.

La Table VI.1 montre le nombre d'éprouvettes confectionnées pour la mesure des expansions.

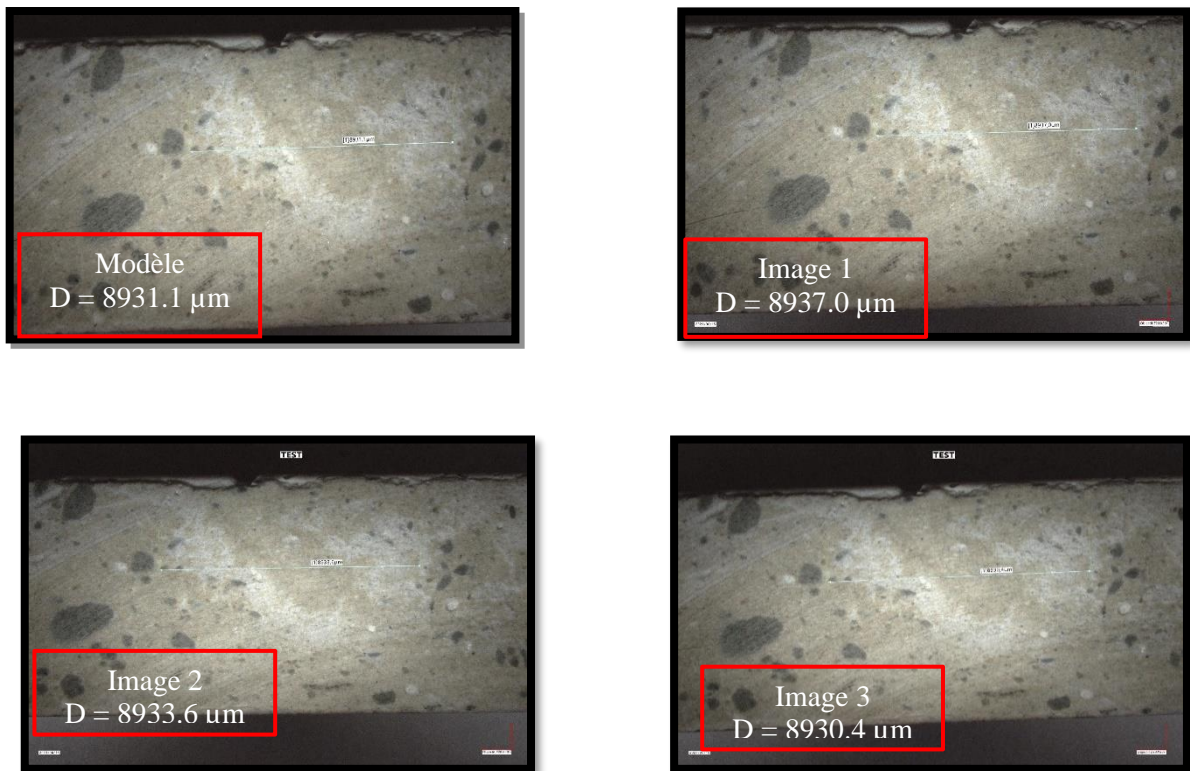


Figure VI.8 Mesures successives (deux mesures) entre deux points de référence (distance D) sur un composite sans mouchetis avec le microscope Keyence VHX 700.

	Pâte de ciment	Composite
Sains	14	14
RSI	14	14

Table VI.1 Nombre d'éprouvettes confectionnées pour la mesure des expansions.

En sortant de l'enceinte climatique, des mesures linéaires 2D instantanées de référence sont prises sur les échantillons (pâte de ciment et composite) de ces deux lots par le microscope numérique. Pour éviter le retrait, chaque échantillon n'est utilisé qu'une seule fois pour réaliser la mesure d'expansion et ils sont ensuite préparés pour le MEB. À chaque temps de dégradation, deux échantillons sont sélectionnés pour le suivi. L'expansion moyenne  $\varepsilon(t)$  (équation (VI.3)) d'un échantillon est déterminée à partir de quatre à six mesures effectuées sur un même échantillon au temps  $t$  de dégradation à partir de la formule suivante :

$$\varepsilon(t) = \frac{l(t) - l_0}{l_0} \quad (\text{VI.3})$$

où  $l_0$  et  $l(t)$  sont respectivement la mesure de référence (avant conservation dans l'eau) et au cours du temps  $t$ .

La longueur de suivi des expansions est estimée à 10 mm ( $l_0 \approx 10 \text{ mm}$ ). Enfin, pour obtenir un point de mesure, la moyenne des différentes expansions des deux échantillons (4 à 6 mesures par échantillon) est calculée. La Figure VI.9 montre les expansions de la pâte de ciment et du composite sains et RSI en fonction de la durée de conservation dans l'eau.

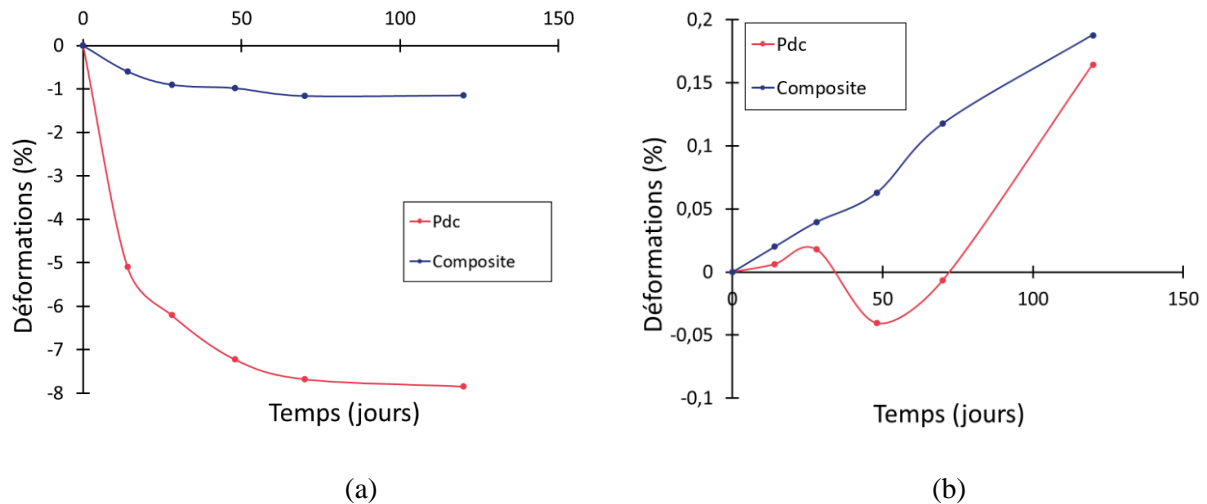


Figure VI.9 Déformations moyennées mesurées avec le microscope numérique sur des éprouvettes de pâte de ciment (Pdc) et composites : (a) Sains et (b) RSI.

La Figure VI.9(a) montre les mesures réalisées sur les échantillons de pâte de ciment et composite sains. Un important effet de retrait endogène (contraction de Le Chatelier [86]) est observé sur ces échantillons avec des contractions surfaciques égales à 8% pour les échantillons de pâte de ciment et 1% pour les composites. Les mécanismes d'hydratation qui se produisent à l'intérieur du béton créent alors une certaine chaleur et sont suivis d'une diminution du volume de la pâte de ciment hydratée. Le Chatelier [86] a évalué que la contraction était de l'ordre de 8 à 12% de l'espace initial occupé par le ciment anhydre et l'eau qui devaient être combinés dans la pâte de ciment hydratée. Les contractions mesurées sur la pâte de ciment correspondent à la limite inférieure de Le Chatelier. En revanche, pour les composites, des contractions moins importantes sont observées. Cette réduction de contraction s'explique par une proportion de pâte de ciment dans le composite moins élevée que celle dans les échantillons de pâte de ciment (deux fois moins), et par la présence du granulat qui limite les déformations en induisant des contraintes de traction à l'interface et à la zone de transition. Ce mécanisme établi par De Sa [59] est illustré sur la Figure VI.10.

La Figure VI.9 (b) montre les mesures réalisées sur les échantillons de pâte de ciment et composite RSI. On observe un gonflement très important dans les deux types d'éprouvettes. Entre 48 et 70 jours, des contractions de 0,05% sont mesurées dans la pâte de ciment ; pouvant être expliquées par la coexistence de deux mécanismes : retrait endogène et initiation du gonflement dû à la RSI. À partir de 80 jours, le gonflement s'accélère au niveau de la pâte de ciment et continue à croître jusqu'aux dernières mesures en atteignant une valeur de 0,16%. La vitesse de gonflement des composites augmente significativement

dès 40 jours. À 120 jours, le gonflement des composites (~0,18%) est proche de celui des pâtes de ciment (~0,16%). À la fin des mesures, on constate que la différence entre le composite et la pâte de ciment pure est faible. Une cinétique de gonflement linéaire est obtenue jusqu'à 120 jours de conservation pour les deux échantillons.

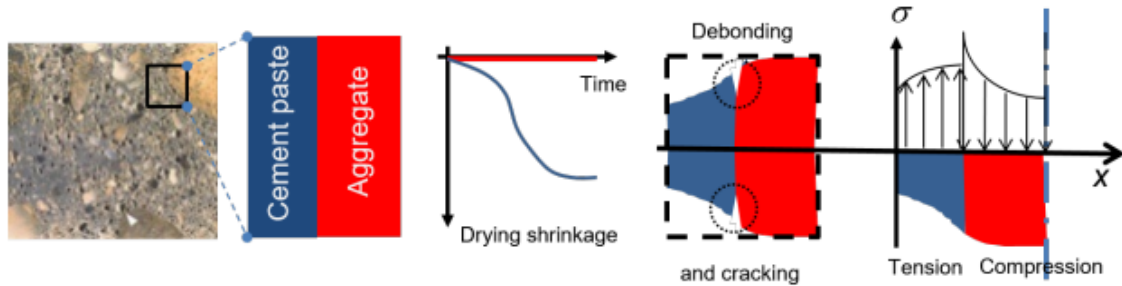


Figure VI.10 Illustration du mécanisme de retrait endogène à l'échelle de l'interface entre matrice cimentaire et granulat [59].

Un suivi de l'état de surface des éprouvettes est réalisé pour surveiller les surfaces et l'apparition de signes de dégradation. Les images de ces surfaces sont regroupées dans la Table VI.2 à la fois pour des éprouvettes saines et dégradées. En comparant les deux matériaux, sains et pathogènes, on remarque la présence de fissurations importantes sur les bords des éprouvettes RSI qui évoluent avec le temps pour les deux types d'échantillons (pâte de ciment et composites). En revanche, aucune fissuration n'est observée au niveau de l'interface. Les éprouvettes saines restent intactes pendant toute la durée d'observation. À ce stade de caractérisation, l'apparition d'un réseau de fissuration est liée au gonflement.

	Sain	RSI
28 jours		
		5 min après sortie de l'eau







48 jours		 <p>5 min après sortie de l'eau</p>
70 jours	-	 <p>2 min après sortie de l'eau</p>
Pdc 120 jours		 <p>0 min après sortie de l'eau 4</p>
Composite 120 jours	-	 <p>0 min après sortie de l'eau</p>

Table VI.2 Évolution temporelle de l'état de surface des éprouvettes saines et atteintes de RSI.

Par rapport au travaux antérieurs [129][239], on constate des différences sur les valeurs moyennes des expansions calculées (voir Table VI.3) et sur la stabilisation du gonflement qui n'est pas atteint après 120 jours de conservation.



	<b>Pâte de ciment</b>	<b>Composite</b>
<b>Jebli [129]</b>	0,08 %	0,15 %
<b>Tlaiji [239]</b>	0,025 %	0,1 %
<b>Al Dandachli</b>	0,16 %	0,18 %

Table VI.3 Comparaison des valeurs des expansions moyennes des éprouvettes RSI de pâte de ciment (Pdc) et composite à 120 jours de conservation.

Cette différence s'explique par la différence de type de ciment utilisé dans la formulation des échantillons et le cycle hygro-thermique de l'enceinte climatique. En effet, la composition chimique du ciment a un impact majeur sur le développement de la pathologie et, sur le gonflement induit (cf. section VII.5.1). Le ciment utilisé dans cette thèse contient plus d'oxyde d'aluminium que le ciment utilisé dans les travaux de Jebli [129] et Tlaiji [239] (voir Table VI.4).

Comme cet oxyde est fréquemment considéré comme un réactif limitant dans le processus de formation de l'ettringite, son excès favorise cette formation.

	<b>Classe</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b>	<b>C<sub>4</sub>AF</b>	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>S</b>
<b>Jebli [129] et Tlaiji [239] (Beaucaire)</b>	CEM I 52.5 R CE CP2 NF	8	9	9	71
<b>Al Dandachli (Beffes)</b>	CEM I 52.5 R CE CP2 NF	8	11	9	66

Table VI.4 Comparaison des compositions chimiques des ciments CEM I 52.5 R utilisés dans la formulation des échantillons de pâte de ciment et composites à l'échelle locale.

Ainsi, il faudra que la mesure des expansions soit poursuivie à des temps de dégradation plus longs que celui initialement fixé au début de cette campagne expérimentale. Malheureusement, en raison d'un calendrier chargé pour la caractérisation microscopique des RSI et d'un manque de temps pour prolonger la période d'observation afin de quantifier les expansions sur des durées de dégradation prolongées, cette campagne ne sera pas reproduite. Des visualisations microscopiques ( $\mu$ CT/ MEB-EDS) doivent être poursuivies sur des durées de dégradation plus longues et en considérant aussi des examens destructifs, comme la fracturation fraîche et la DRX. Pour cela, un lot de pâte de ciment et composite à 10 mois de conservation est en plus caractérisé. Ces études nous ont permis de suivre l'évolution de la fissuration en surface et en volume, ainsi que la minéralogie, notamment l'ettringite.

### **VI.2.3 Observations au Micro-Tomographe ( $\mu$ CT)**

Le développement de fissurations, dû au gonflement, est observé à l'œil nu et sous microscope numérique à travers le suivi de l'état de surface des éprouvettes. Ces visualisations fournissent une appréciation de la dégradation surfacique des échantillons. Elles ne permettent pas de voir ce qui se passe en profondeur. Des observations au microtomographe sont donc réalisées pour visualiser le

développement volumique de la dégradation, en termes de propagation de fissuration et de l'état des pores. Cette technique numérique non-destructive permet de caractériser la structure interne des matériaux (résolution en  $\mu\text{m}$ ) en se basant sur les interactions rayons X-matière. La méthode consiste en la reconstitution d'une image volumique 3D de l'échantillon à partir de radiographie X sur  $360^\circ$ . Les avantages de cette technique sont nombreux : aucune préparation des échantillons n'est requise, un même échantillon peut être observé plusieurs fois, à différentes échéances temporelles. En fonction de la résolution et de la taille de l'échantillon, elle permet de mettre en évidence le faciès des microfissures et la porosité du matériau. La micro-tomographie est réalisée sur la Plateforme MRI-ISEM à l'Université de Montpellier qui est dotée d'un microtomographe EasyTom 150 (voir Figure VI.11).



Figure VI.11 Micro-tomographe EasyTom 150 (Plateforme MRI-ISEM, Université de Montpellier).

Les observations au  $\mu\text{CT}$  sont réalisées directement après prélèvement de l'échantillon de la solution, sans séchage et sans imprégnation de résine. Les acquisitions sont réalisées avec une rotation de  $360^\circ$  avec un pas de  $0,1^\circ$ , une moyenne de 3000 projections et un temps d'acquisition d'une heure. Les visualisations 2D des projections (x, y et z) et 3D du volume sont faites via le logiciel open source 3DSlicer<sup>3</sup>.

Les échantillons RSI sont scannés après différents temps de conservation : 30, 50, 80, 120 jours et 10 mois. Ils sont placés verticalement selon l'axe Z sur le plateau du micro-tomographe (voir Figure VI.12).

---

<sup>3</sup> 3D Slicer est un logiciel open source et gratuit pour la visualisation, le traitement, la segmentation, l'enregistrement et l'analyse d'images et de maillages médicaux, biomédicaux et autres en 3D, ainsi que pour la préparation et la réalisation de procédures assistées par imagerie ([3D Slicer image computing platform | 3D Slicer](#)).

La Table VI.5 et la Table VI.6 regroupent les scans réalisés aux différents temps de dégradation des éprouvettes pâte de ciment et composites.

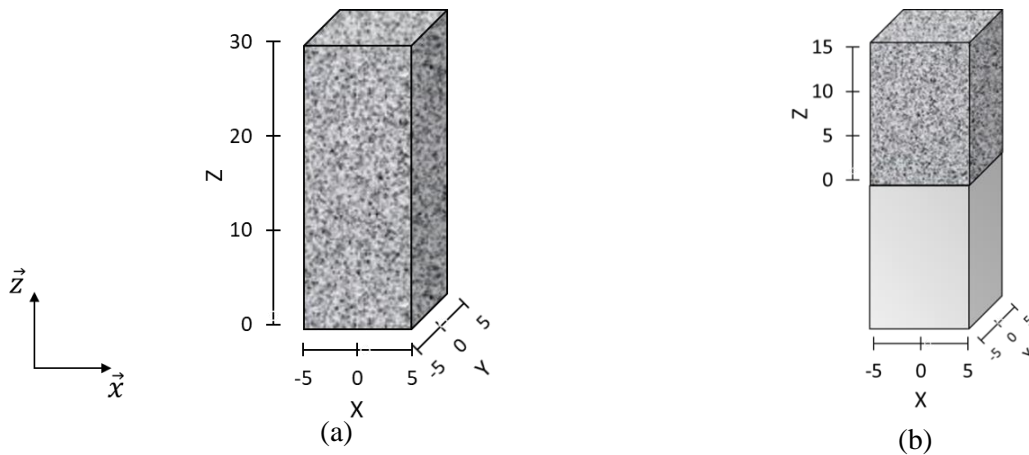


Figure VI.12 Placement vertical selon l'axe Z des échantillons : (a) pâte de ciment et (b) composite dans le microtomographe.

Sur les sections XY des pâtes de ciment, une zone gris-foncé apparaît sur les bords des éprouvettes. On observe que l'épaisseur de cette zone augmente avec le temps de conservation (cf. Figure VI.13). De plus, le niveau de gris est élevé dans la zone dégradée tandis qu'il est plus faible dans la zone saine. Une zone intermédiaire apparaît également à 120 jours où la décroissance du niveau de gris varie entre la valeur élevée rencontrée à l'extrémité de la zone totalement dégradée et la valeur faible rencontrée dans la zone saine. Une étude complémentaire liée à leur minéralogie est effectuée aux paragraphes VI.2.4 et VI.2.5 sur ces deux zones (foncé et intermédiaire).

Dans la Table VI.5 et la Table VI.6 concernant l'évolution du faciès de fissuration, les fissures apparaissent d'abord sur les surfaces extérieures des échantillons (voir volumes 3D). Puis au cours de la dégradation, ces fissures commencent à se propager de l'extérieur vers l'intérieur et se localisent dans ces zones et aux sommets des échantillons. En revanche, aucune fissure n'est observée au cœur des échantillons, en zone saine. Dans le cas du composite, l'interface entre la pâte de ciment et le granulat reste intacte (aucune fissure détectée entre 30 et 120 jours). À 10 mois de conservation, une fissure finit par apparaître au niveau de l'interface, sur le volume 3D, uniquement en face externe comme en témoigne la section XZ du volume.

La mesure de l'épaisseur dégradée de la pâte est déterminée par analyse d'images via le logiciel ImageJ sur la section XY. L'évolution d'épaisseur dégradée des échantillons de pâte de ciment et composite est montrée sur la Figure VI.13(a) et (b) où une évolution logarithmique est observée. Pour les éprouvettes de pâte de ciment, cette épaisseur augmente en fonction du temps avec une vitesse de dégradation estimée à 0,153 mm/mois similaire à celle des composites estimée à 0,156 mm/mois (voir Figure VI.13). Le taux de dégradation, des éprouvettes est calculé comme étant le rapport de la surface dégradée (zone gris foncé) sur la surface totale avec l'équation (VI.4) :

$$\text{Taux de dégradation} = \frac{S_{tot} - S_{sain}}{S_{tot}} \quad (\text{VI.4})$$

avec  $S_{tot}$  la surface totale de la section XY et  $S_{sain}$  la section saine (zone gris clair).

Sur la Figure VI.13(a) et (b), on représente l'évolution du taux de dégradation des échantillons pâte de ciment et composites respectivement au cours du temps où une évolution logarithmique est observée. On constate, que le taux de dégradation augmente de façon similaire au cours du temps dans les pâtes de ciment des échantillons de pâte de ciment pure et composites. Même si la surface est totalement fissurée pour les échantillons dégradés à 10 mois, le taux de dégradation n'est que d'environ 33% pour les deux types d'échantillons. L'évolution de l'épaisseur dégradée et du taux de dégradation indiquent que l'apparition des fissures à la surface des échantillons dégradés, n'est pas suffisante pour décrire de l'état de dégradation des échantillons. Ainsi, l'utilisation d'un indicateur autre que la mesure des expansions (surfaiques longitudinales) est souhaitée afin de rendre compte de l'évolution volumique de la dégradation de ces échantillons.

Sur les scans du microtomographe, on observe également la précipitation d'une matière blanche dans certains pores (entourés avec des cercles rouges sur la Table VI.5 et la Table VI.6) de manière plus ou moins significative au cours de la dégradation. Dans le cas de la pâte de ciment, à 50 jours, cette matière présente des aiguilles qui ressemblent aux cristaux d'ettringite. Des analyses minéralogiques complémentaires sont effectuées et présentées dans la suite sur ces éprouvettes afin de surveiller la cristallisation de l'ettringite dans les pores, à l'interface du composite et dans les parties endommagées de leurs bords.

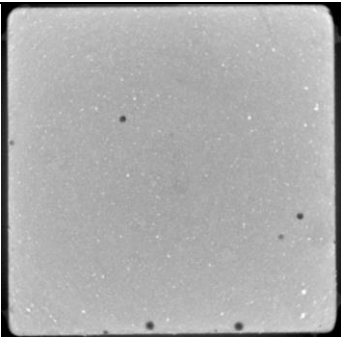
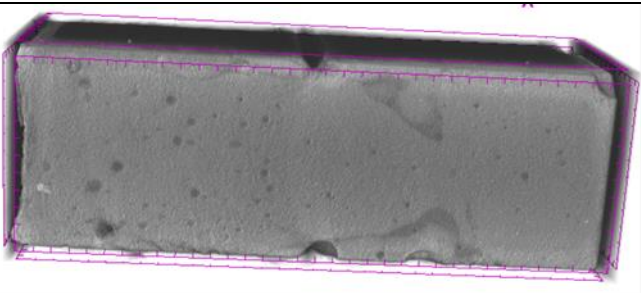
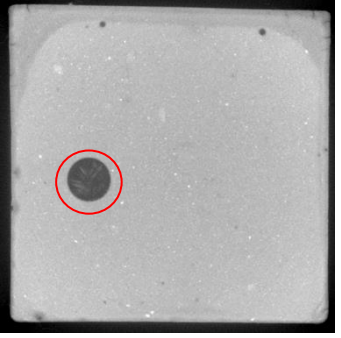
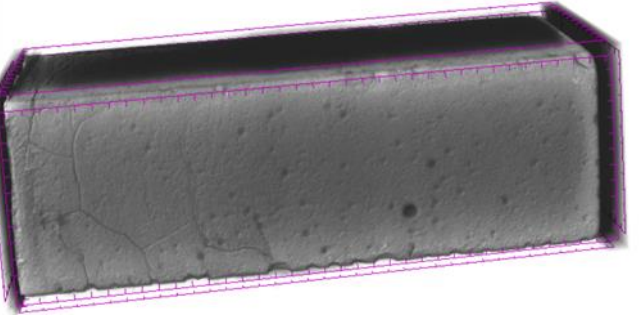
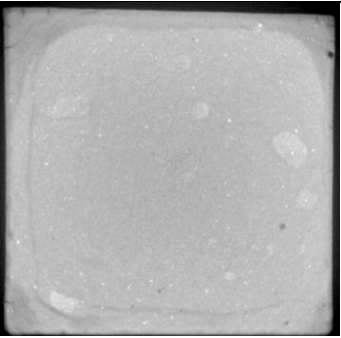
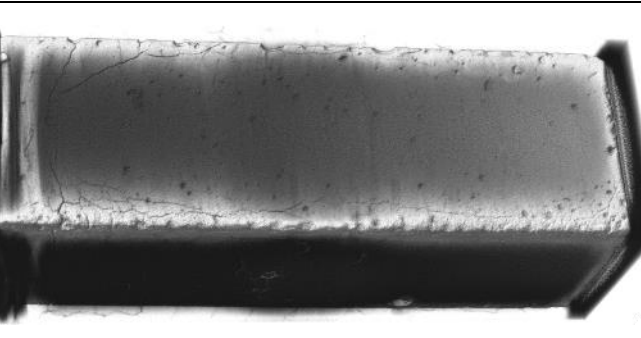
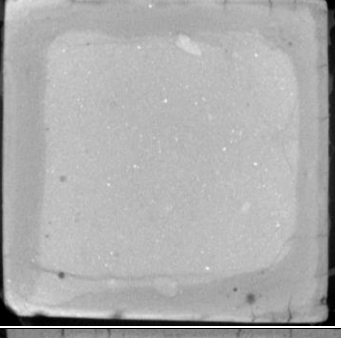
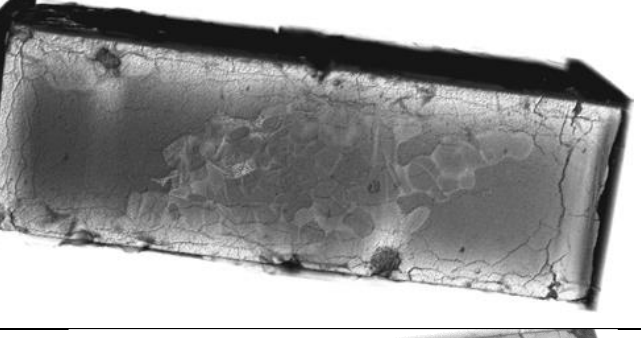
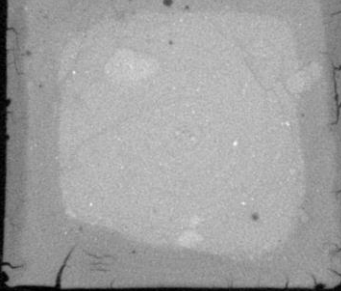
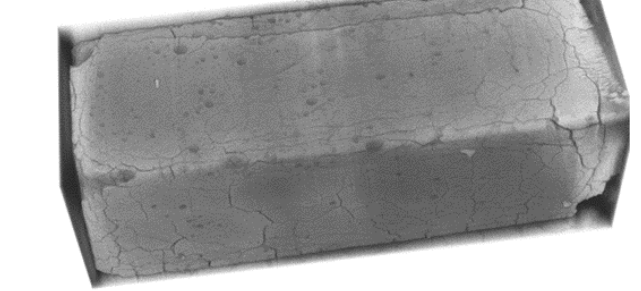
	Section XY	Volume 3D
30 jours		
50 jours		
80 jours		
120 jours		
10 mois		

Table VI.5 Microtomographies des échantillons de pâte de ciment RSI à différents temps de conservation (30j, 50j, 80j, 120j et 10 mois). Les sections XY correspondent à Z valant 15 mm (milieu de l'échantillon).

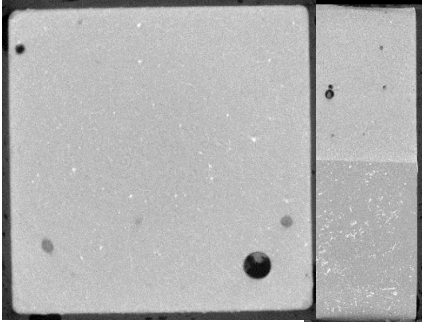
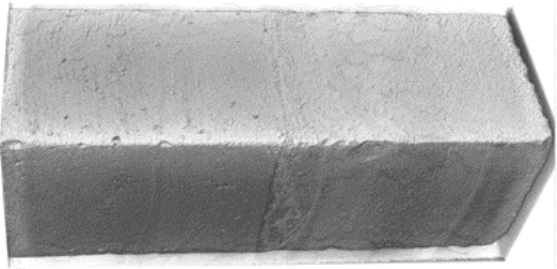
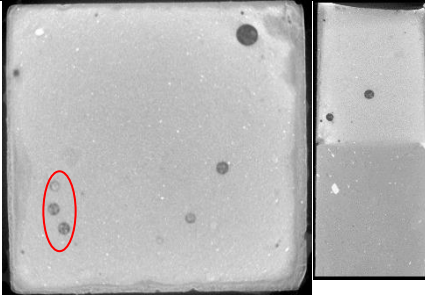
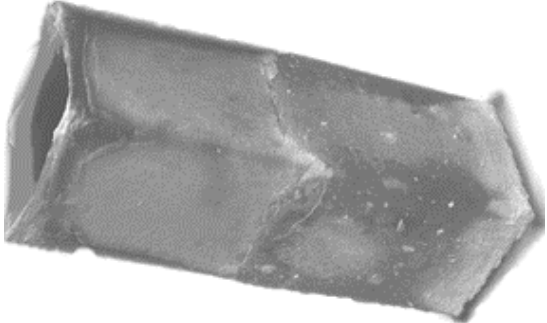
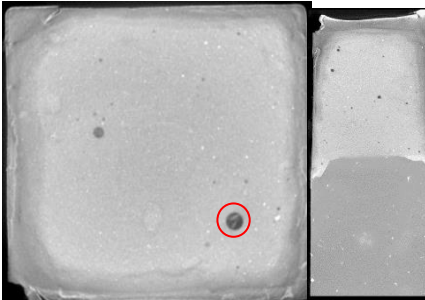
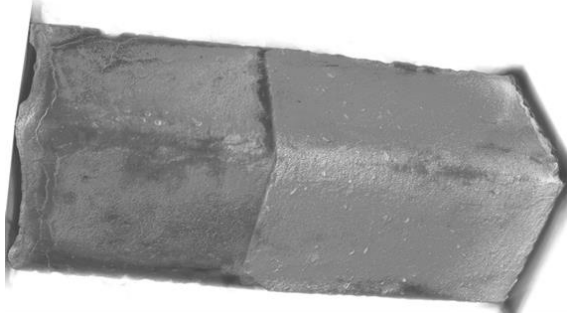
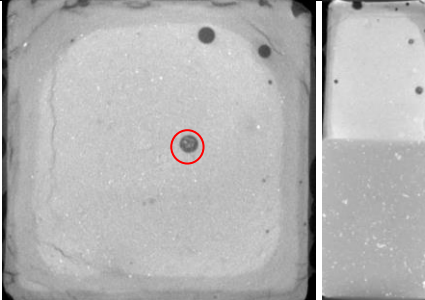
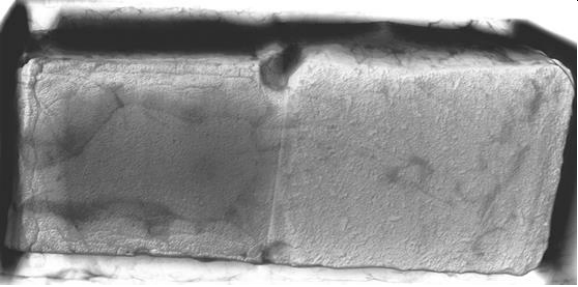
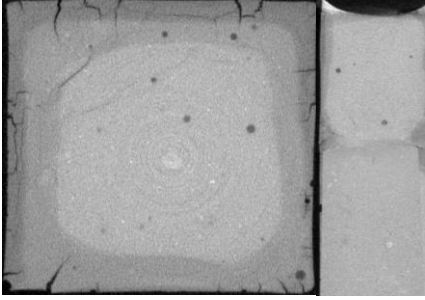

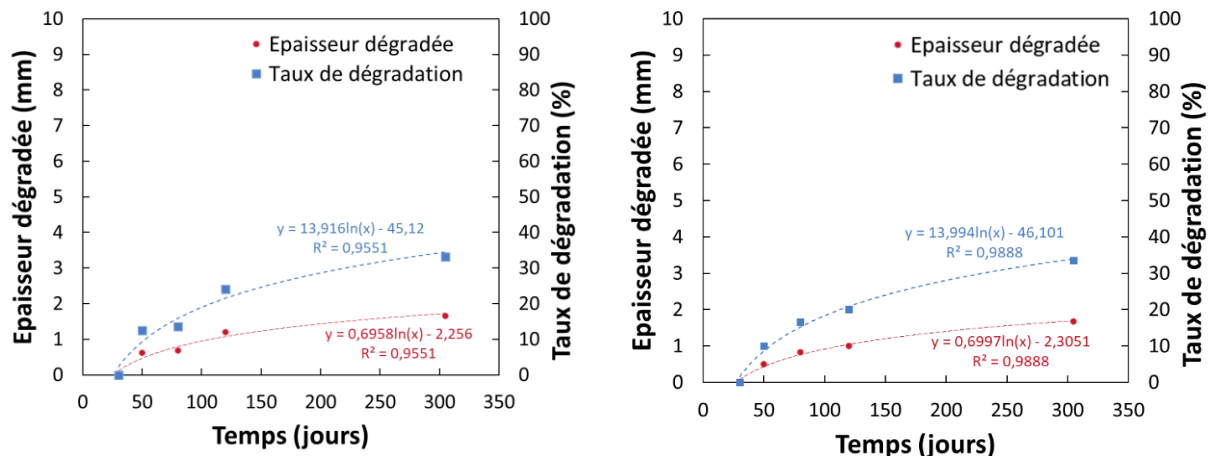
	Section XY/ Section XZ	Volume 3D
30 jours		
50 jours		
80 jours		
120 jours		
10 mois		

Table VI.6 Microtomographies des composites RSI à différents temps de dégradation (30j, 50j, 80j, 120j et 10 mois). Les sections XY correspondent à Z valant 7 mm (milieu de la partie de pâte dans le composite) et les sections XZ correspondent à Y valant 0 mm.



(a) Pâte de ciment

(b) Composite

Figure VI.13 Cinétique de la dégradation des échantillons RSI : (a) Pâte de ciment et (b) Composite.

## VI.2.4 Observations au Microscope Électronique à Balayage (MEB-EDS)

Dans de nombreux travaux, le microscope électronique à balayage (MEB) est utilisé pour comprendre les mécanismes chimiques mis en jeu et visualiser la microstructure, comme la formation de l'ettringite différée dans le cas d'une réaction sulfatique au sein d'un échantillon de béton, et suivre les faciès de fissuration [203]. L'observation au MEB permet d'identifier les différents éléments chimiques d'un échantillon de taille centimétrique, comme la portlandite, les C-S-H, les cristaux d'ettringite, certaines tailles de pores dans la pâte, ou encore l'état d'endommagement de l'interface pâte-granulat.

Dans cette thèse, les observations et analyses sont effectuées sur trois microscopes.

- Le premier est un microscope Zeiss Sigma (voir Figure VI.14) localisé à l'IRSN sur le site de Cadarache, dans le service expérimental (SEREX). Le logiciel Esprit (Bruker) est utilisé pour l'acquisition des spectres et des cartographies chimiques au Spectromètre à Energie Dispersive (EDS).
- Le deuxième est un microscope FEI Quanta 200 localisé à l'Université de Montpellier qui utilise le logiciel Oxford instruments nano-analysis.
- Le troisième est un microscope Bruker 127eV localisé à l'IRSN sur le site de Fontenay-aux-Roses (plateforme LUTECE au SEDRE) qui utilise le logiciel Esprit.

Les analyses sont réalisées sous une tension de 20 keV (parfois 15 keV) à une distance de travail de 15mm.

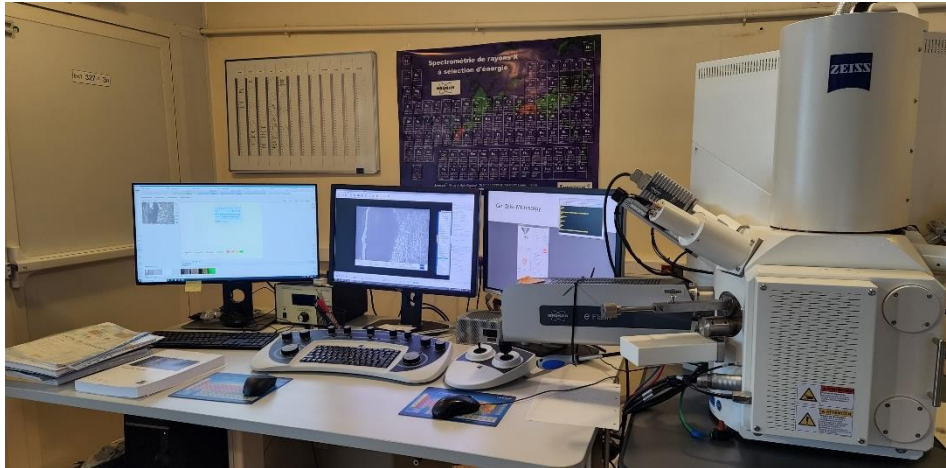


Figure VI.14 MEB-EDS du microscope Zeiss sigma (SEREX, IRSN Cadarache).

Soulignons qu'une bonne observation nécessite une préparation adéquate et minutieuse de l'échantillon [144]. Cette étape de préparation est cruciale, tout particulièrement le polissage de la surface sur section polie.

Au cours de cette étude, les échantillons dégradés sont retirés de l'eau de conservation et subissent une série de préparations réalisées par un technicien du laboratoire des Géosciences de l'Université de Montpellier :

- Mettre l'échantillon sous vide pendant au moins une heure ;
- Enrésiner l'échantillon sous vide avec une résine époxy transparente. La résine époxy devra couvrir tout le moule en laissant la surface supérieure exposée à l'air, car la résine devra pénétrer dans les vides de l'échantillon ;
- Laisser sous vide au moins 24 heures ;
- Découper en deux l'échantillon enrésiné à l'aide d'une scie à fil sec si on souhaite regarder dans la hauteur de l'échantillon ;
- Polir une facette de l'échantillon (découpée ou celle enrésinée). Les différentes étapes du polissage s'effectuent en présence d'un lubrifiant (l'éthanol) et comportent le rodage, le polissage grossier, le polissage fin. Chaque polissage s'effectue en un temps donné, de plus en plus long avec le polissage plus fin.
- Métalliser la surface polie avec du carbone pour assurer des liaisons conductrices.

Des exemples d'échantillons, prêts à être observés, sont présentés sur la Figure VI.15.





Figure VI.15 Exemples d'échantillons enrésinés pour l'observation MEB : (a) pâte de ciment et (b) composite pâte de ciment/ granulats silice.

Sur des échantillons polis, deux dates de conservation (120 jours et 10 mois) sont considérées afin de s'assurer de la présence d'ettringite différée et de visualiser sa progression au cours de la dégradation. Des observations au MEB sur des échantillons à 70 et 100 jours de dégradation sont aussi réalisées et présentées dans l'Annexe VII.7. Les échantillons sont observés au MEB-EDS Bruker au SEREX à l'IRSN de Cadarache. La Figure VI.16 montre les zones ciblées au MEB que l'on suppose favorable à la précipitation de l'ettringite différée.

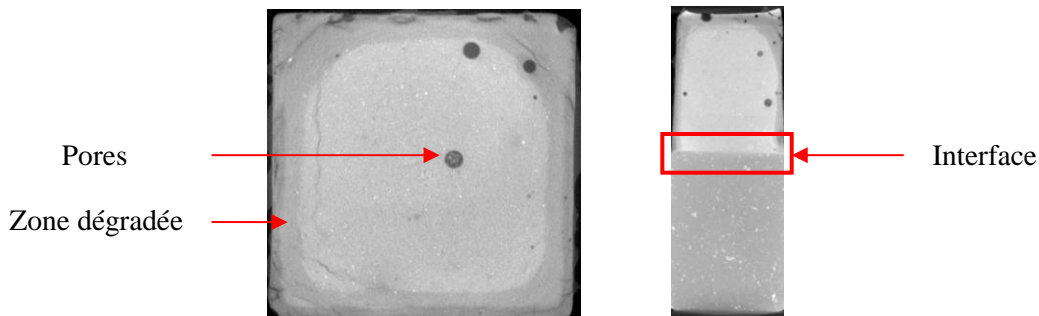


Figure VI.16 Zones privilégiées pour la précipitation de l'ettringite différée et ciblées par les visualisations au MEB : pores, zone grise dégradée au bord et interface pâte/granulat.

Les visualisations **des pores** des sections polies des deux types d'échantillons sont présentées sur la Figure VI.17. On constate la présence d'ettringite différée sous forme massive et comprimée au niveau des pores. Cette formation massive de l'ettringite entraîne des pressions de cristallisation et, donc, la propagation de fissures radiales à travers les pores, comme illustrée sur la Figure VI.17(a), (b) et (c). Cette forme massive de l'ettringite est couramment observée dans la littérature [5][41][203].

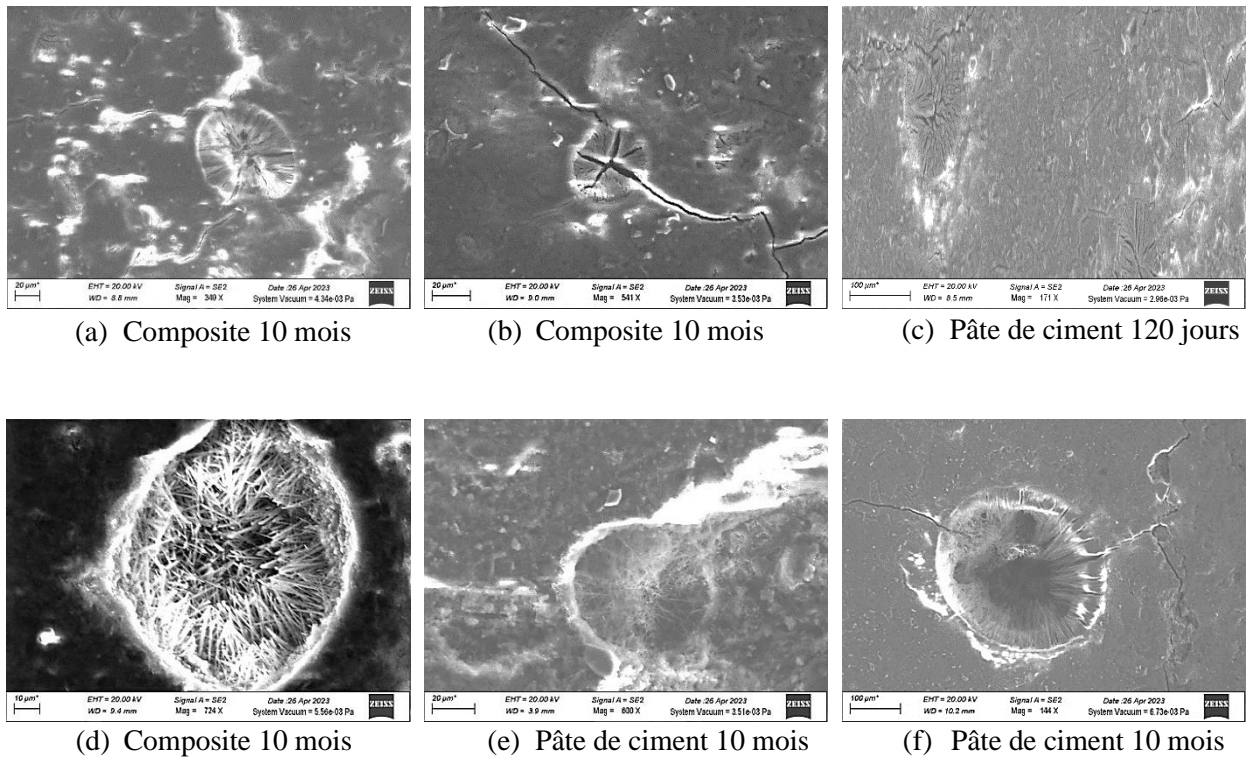


Figure VI.17 Images MEB de la précipitation d'ettringite différée au niveau des pores sous forme : (a), (b) et (c) massive et (d), (e) et (f) d'aiguilles.

On observe une autre forme d'ettringite qui cristallise dans d'autres pores en forme d'aiguilles. Ces aiguilles sont disposées sur les bords des pores et en direction radiale, comme on peut le voir sur la Figure VI.17(d), (e) et (f). Les aiguilles d'ettringite sont extrêmement étroites et occupent librement l'espace. Leur longueur est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres ( $\sim 30$  à  $50 \mu\text{m}$ ). Leur densité est relativement faible par rapport à la formation massive. **Ces visualisations confirment que le composé observé dans les pores au  $\mu\text{CT}$  est l'ettringite.**

Des analyses EDS par point (spectrométrie) sont réalisées pour déterminer la nature minéralogique de ce composé dans **les pores**. Les trois principaux éléments entrant dans la composition de l'ettringite sont : le sulfate (S), l'aluminium (Al), et le Calcium (Ca). Ils sont identifiés sur le spectre (cf. Figure VI.18), confirmant ainsi sa présence. Les spectres EDS montrent la présence d'une quantité importante de sulfates et d'aluminates dans les pores où les spectres obtenus sont compatibles avec la composition de l'ettringite.

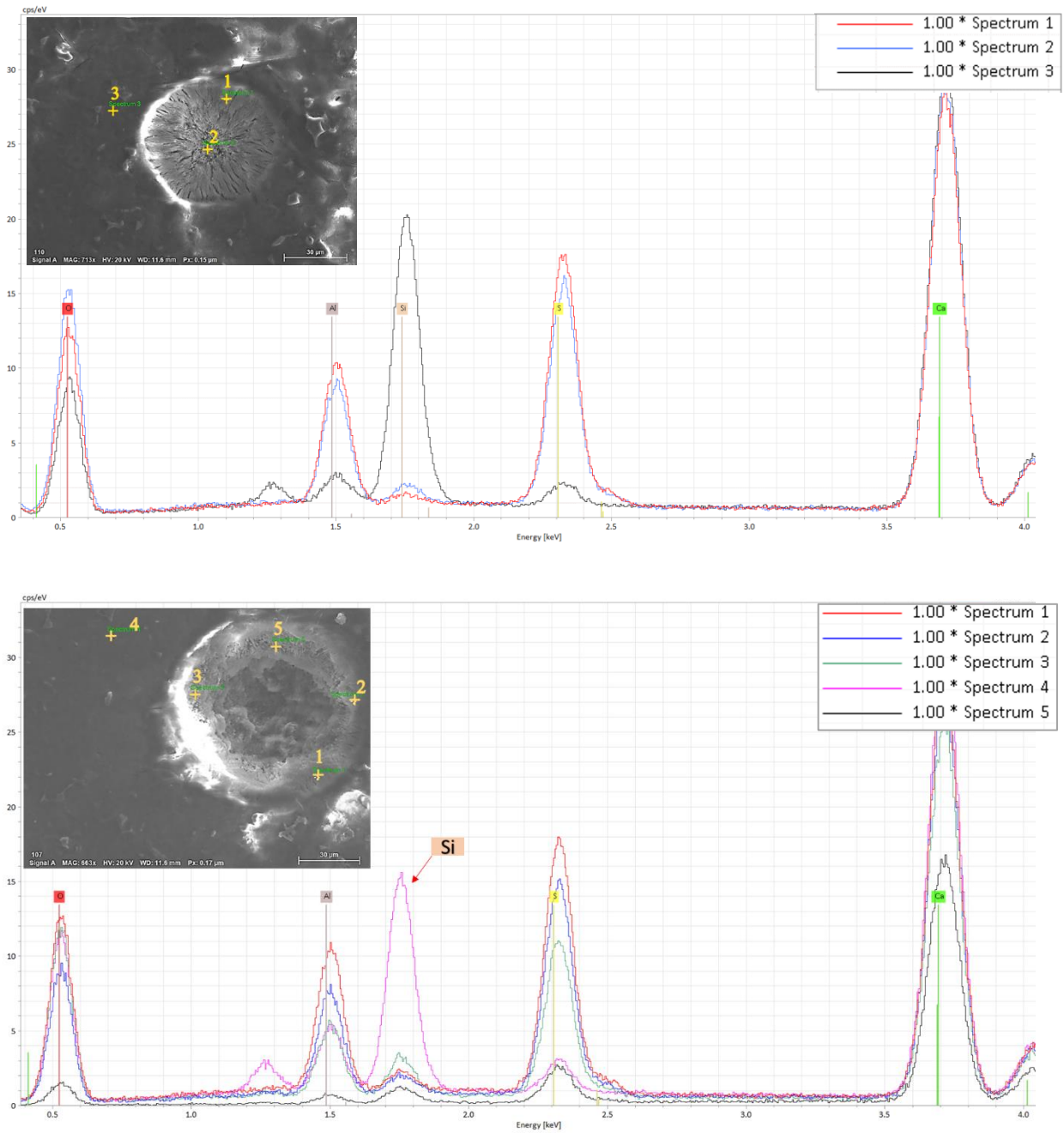


Figure VI.18 Spectres obtenus par l'analyse EDS des pores remplis d'ettringite différée sur le composite à 10 mois de conservation.

Des analyses cartographiques EDS sur le composite à 10 mois sont également pratiquées. Les résultats sont visibles sur la Figure VI.19. On dénote la présence d'une quantité importante de sulfates (S) et d'aluminates (Al) dans les pores, confirmant la présence d'ettringite différée.

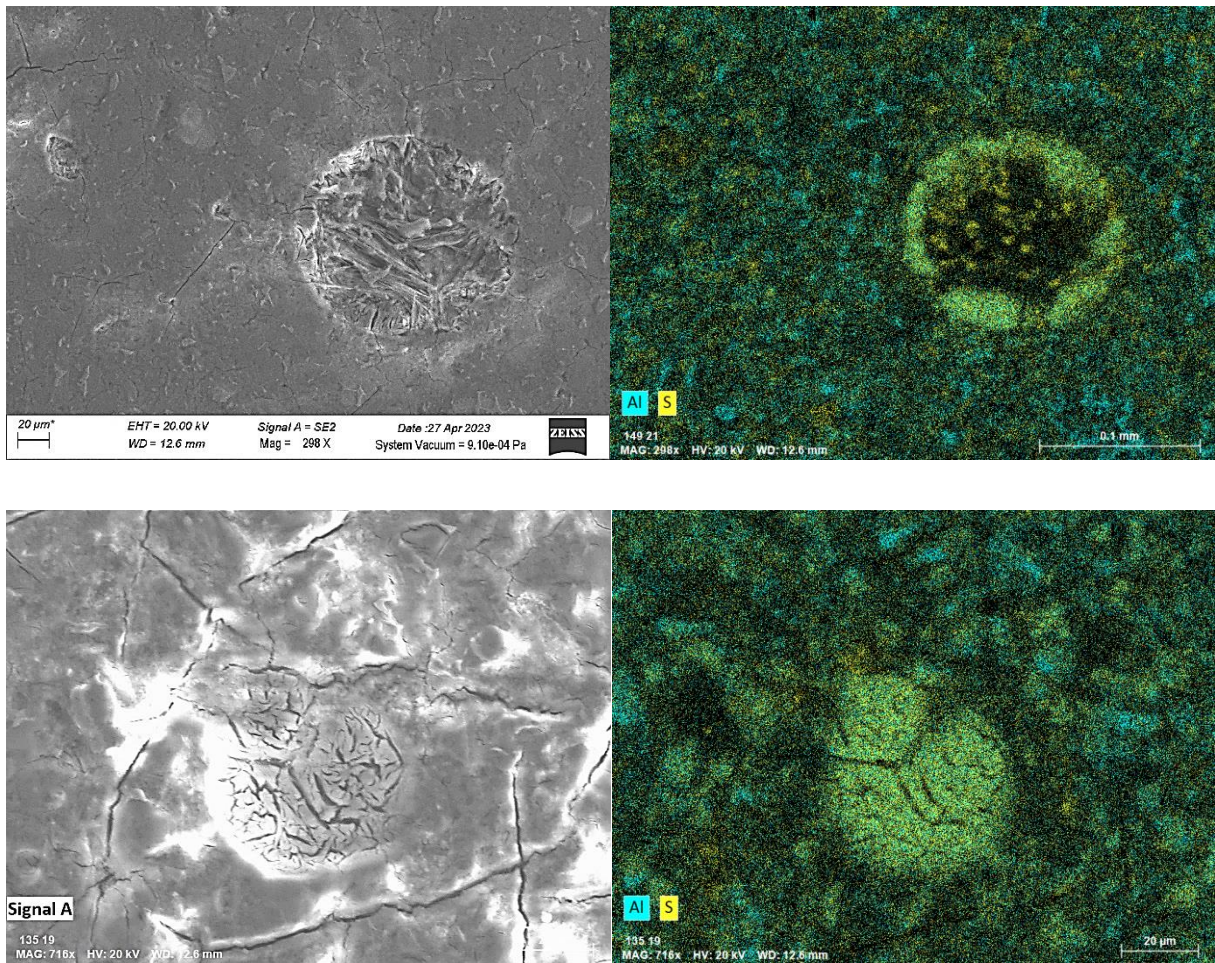


Figure VI.19 Composite à 10 mois : analyse chimique des pores remplis d'ettringite. A gauche, images MEB réelle. À droite, analyses chimiques des phases sulfate (S) et aluminat (Al).

Dans un second temps, des analyses sur fracturations fraîches des **pores** d'éprouvettes RSI sont réalisées sous MEB-EDS au LUTECE à l'IRSN de Fontenay-Aux-Roses avec les mêmes paramètres de réglages pour que le MEB avec section polie. La préparation consiste à fracturer les échantillons au marteau pour préserver la microstructure et l'agencement des cristaux au sein de la matrice cimentaire. Ils sont ensuite métallisés avec du carbone pour éviter la surcharge d'électrons sur leur surface. Les images prises révèlent la présence d'ettringite dans un des pores de pâte de ciment à 120 jours, comme illustré sur la Figure VI.20.

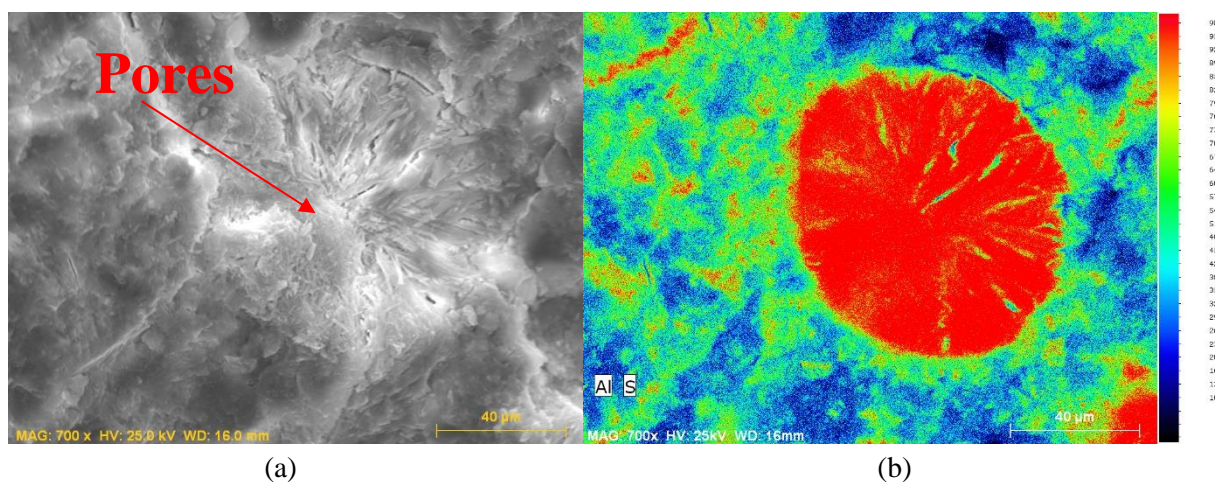


Figure VI.20 Pâte ciment à 120 jours : analyse chimique d'un pore rempli d'ettringite détectée sur fracture fraîche : (a) image MEB réelle, (b) analyse chimique des phases sulfate (S) et aluminat (Al).

**Les bords dégradés** (zone gris foncé) des échantillons sont également observés. Les visualisations MEB de cette zone sont présentées sur la Figure VI.21. La Figure VI.21(a) montre deux zones qui semblent avoir des structures distinctes. Dans la zone 2, l'ettringite précipite sous forme de faisceaux ou de bandes continues le long des bords de la pâte de ciment (voir Figure VI.21(b, c, et d)). À 120 jours et à 10 mois, cette précipitation est observée sur les deux types d'échantillons (pâte de ciment et composite). La nuance gris-foncé des bords dégradés est due à la cristallisation de l'ettringite sous cette forme.

La précipitation de cette ettringite et les faciès de fissures observés (Volume 3D la Table VI.5 et la Table VI.6) sont en accord avec les simulations 2D effectuées par [218] et [229] sur un matériau homogène. Ils ont démontré que le processus de lixiviation des alcalins vers l'extérieur explique la précipitation de l'ettringite sur les bords. La lixiviation facilite le transfert des alcalins, notamment les alcalins dérivés de l'ettringite primaire déstabilisée (sulfate et aluminat), et par suite une plus grande probabilité de développement de l'ettringite tardive sur les bords (voir Figure VI.22). À ce stade, le gonflement est plus développé à la surface de l'échantillon qu'en son centre [229]. En conséquence, des contraintes de traction apparaissent en surface, alors que le cœur de l'éprouvette est en compression. Au cours de la dégradation par RSI, cet état de contrainte évolue et les bords en contact avec l'eau se fissurent. L'endommagement et l'ouverture des fissures isolées prévus à environ 450 jours d'endommagement par le modèle de deux auteurs [218][229] sont illustrés à la Figure VI.22 et comparés à un scan de la surface d'un échantillon de pâte de ciment à 120 jours de dégradation. On observe la même tendance de propagation de fissure expérimentalement et numériquement.

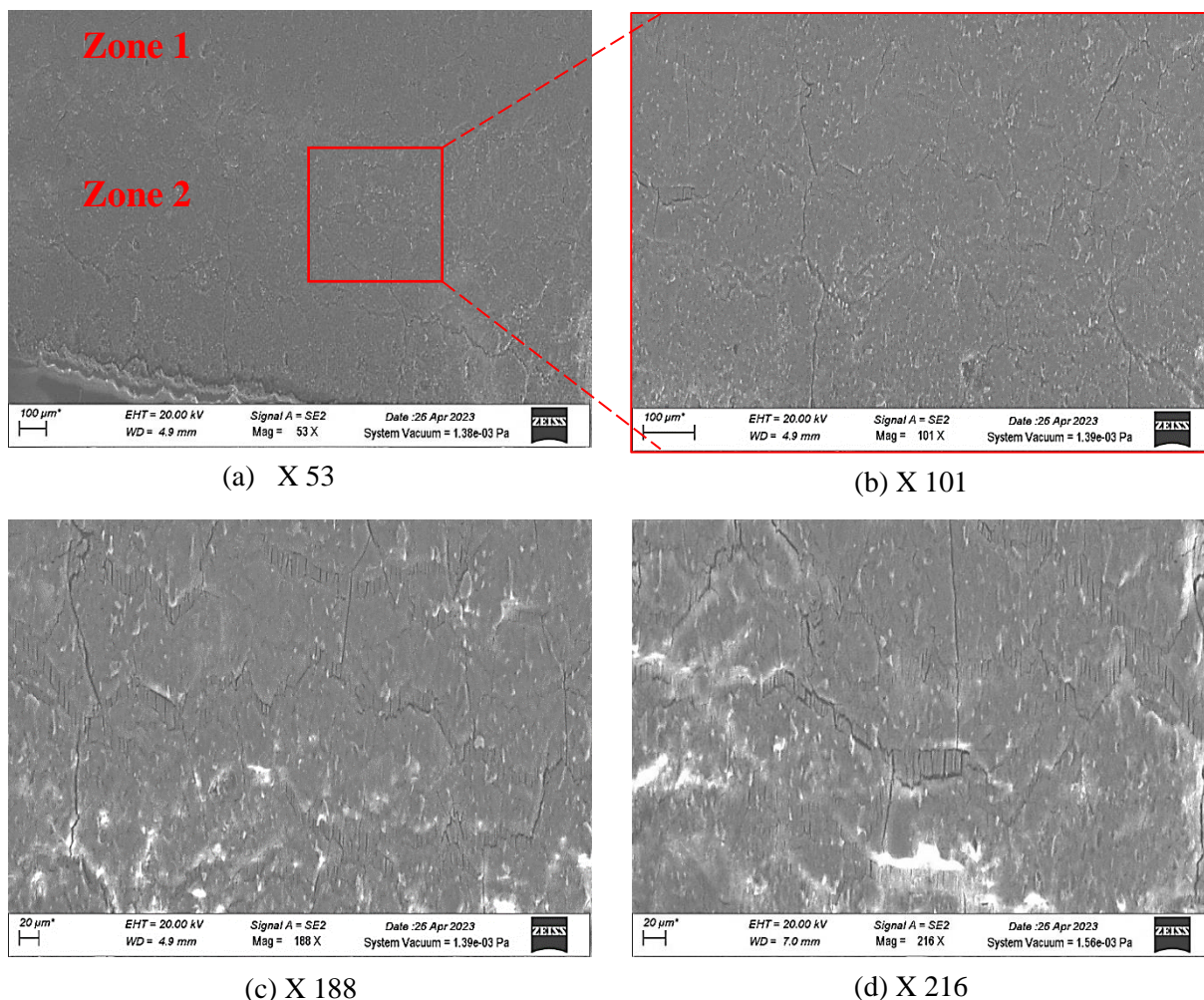


Figure VI.21 Images MEB de la précipitation d'ettringite différée au niveau des bords du composite dégradé à 120 jours avec différents agrandissements.

Pour établir le caractère chimique de la composition de ces faisceaux générés aux bords, des analyses EDS par points (spectrométrie) sont effectuées. Les résultats des spectres EDS sont présentés sur la Figure VI.23 et montrent la présence d'une grande quantité de sulfates et d'aluminates aux différents points d'analyses choisis sur ces faisceaux. Les spectres obtenus sont cohérents avec la composition de l'ettringite.

Des cartographies sur sections polies (cf. Figure VI.24) et fracture fraîche (cf. Figure VI.25) sont également réalisées sur **la zone au bord** (gris-foncé). Ces analyses permettent l'identification de réseaux de faisceaux continus d'ettringite sur les bords, caractérisés par une concentration considérable en sulfates et aluminates.

Des analyses chimiques supplémentaires sont effectuées à l'aide de la diffractométrie des rayons X (XRD) afin de quantifier la quantité d'ettringite formée **sur les bords** et déterminer l'épaisseur de la zone dégradée des échantillons pathogènes à l'issue de 10 mois de conservation. Les résultats de ces analyses sont présentés au paragraphe VI.2.5.

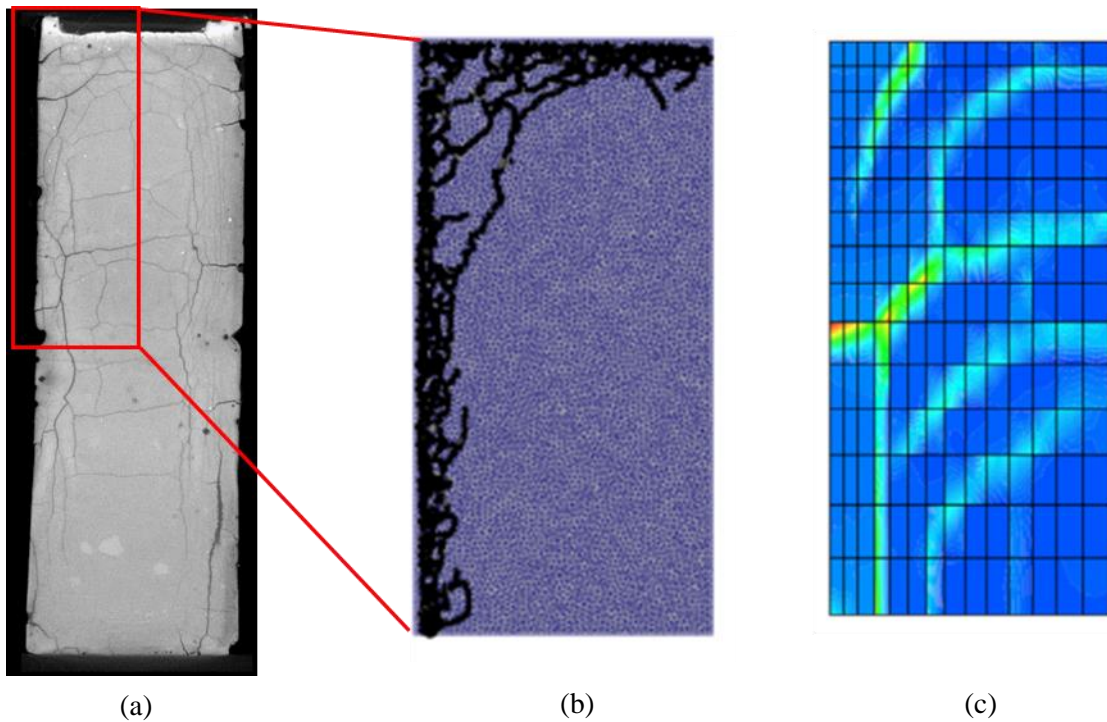


Figure VI.22 Visualisation des faciès de fissures d'un échantillon d'un matériau homogène atteint de RSI : a) Faciès de rupture obtenu par  $\mu$ -CT d'un échantillon de pâte de ciment à 120 jours. Simulation du faciès de fissuration d'un quart de prisme à 450 jours par : (b) sur la surface [218]et (c) une vue interne [229].

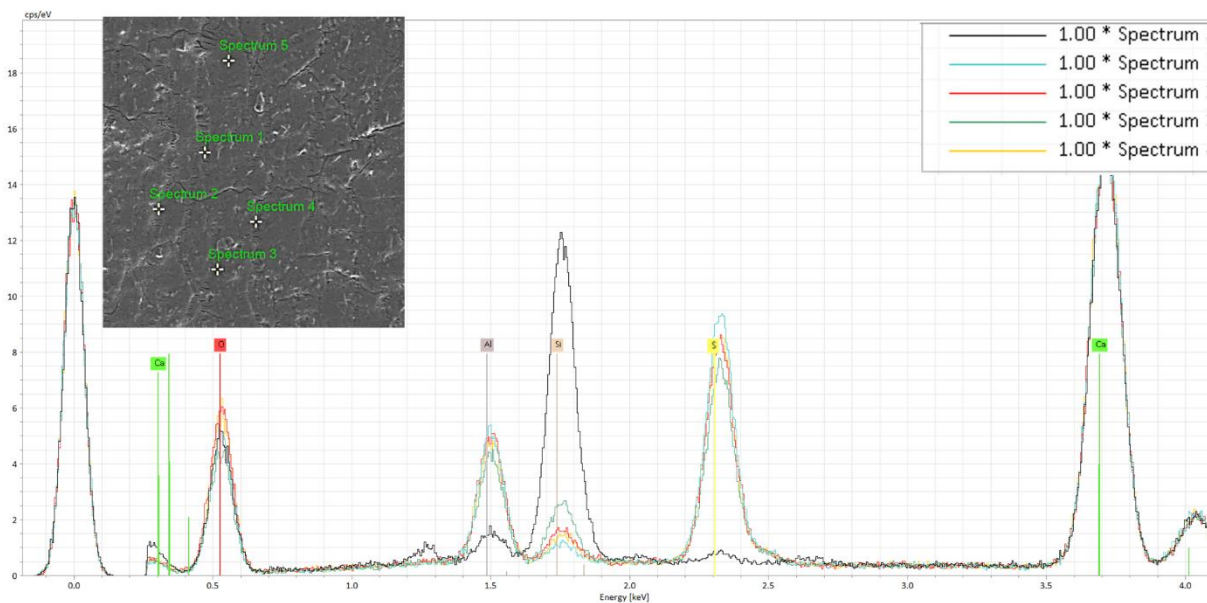
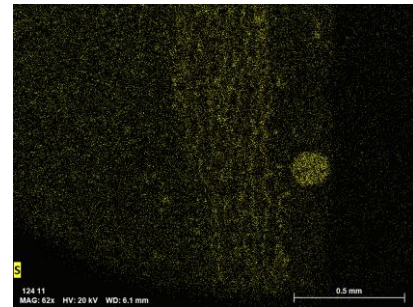
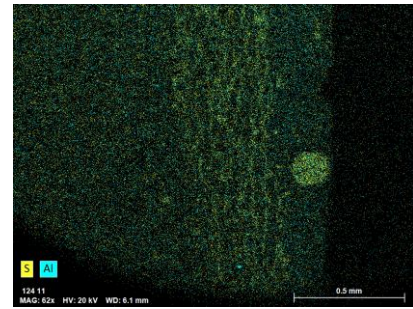
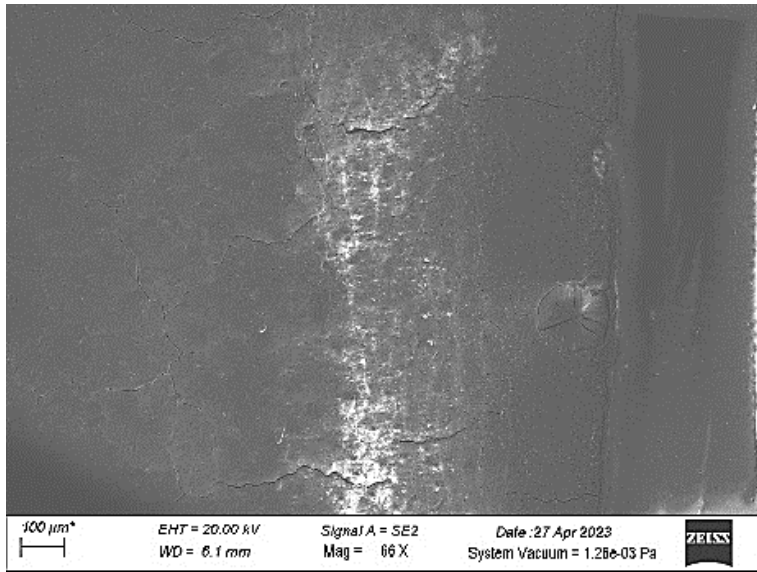
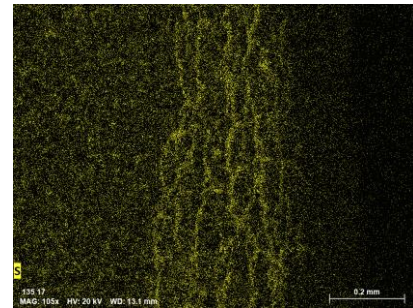
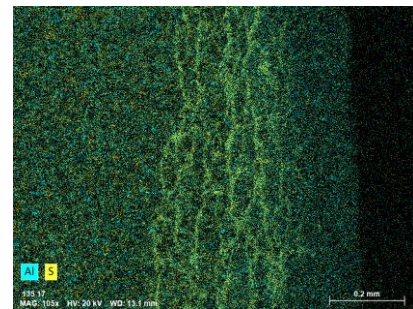
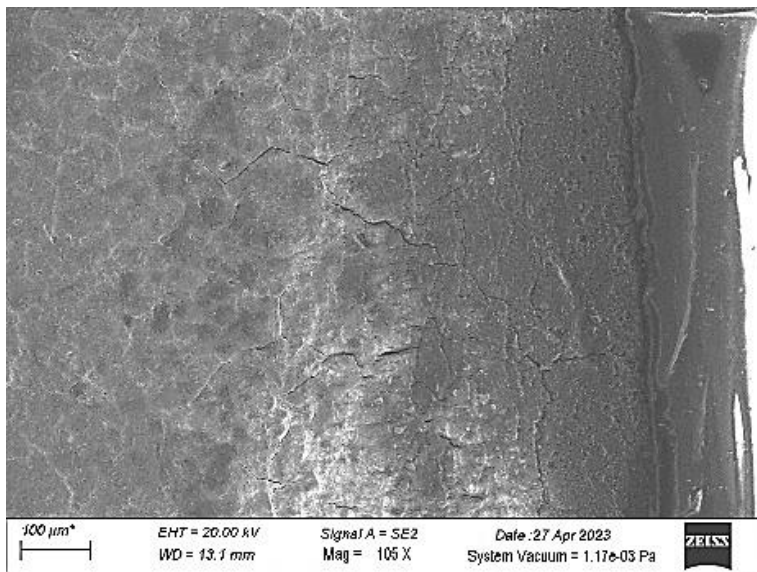


Figure VI.23 Spectre EDS obtenu sur un bord dégradé : faisceaux d'ettringite formés dans un échantillon composite à 120 jours de conservation.



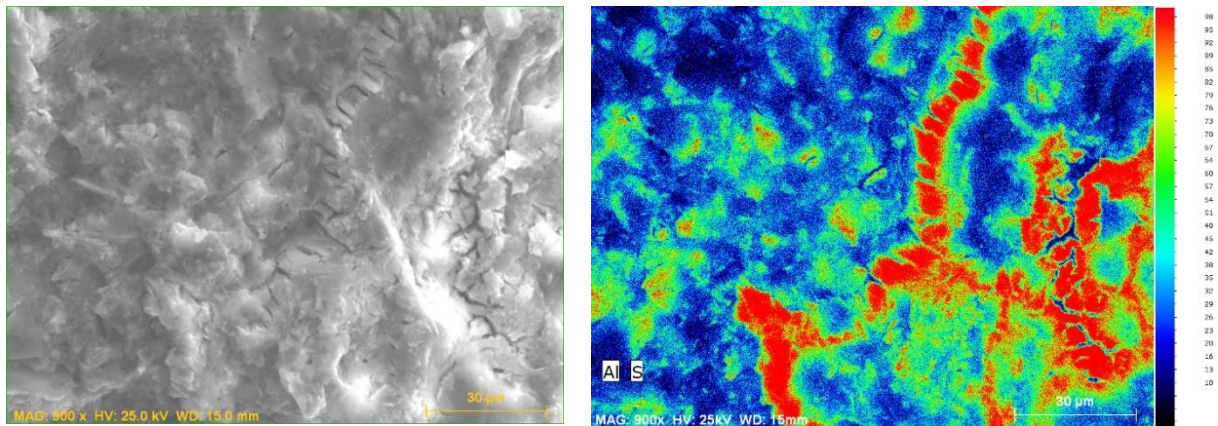
(a) Pâte de ciment



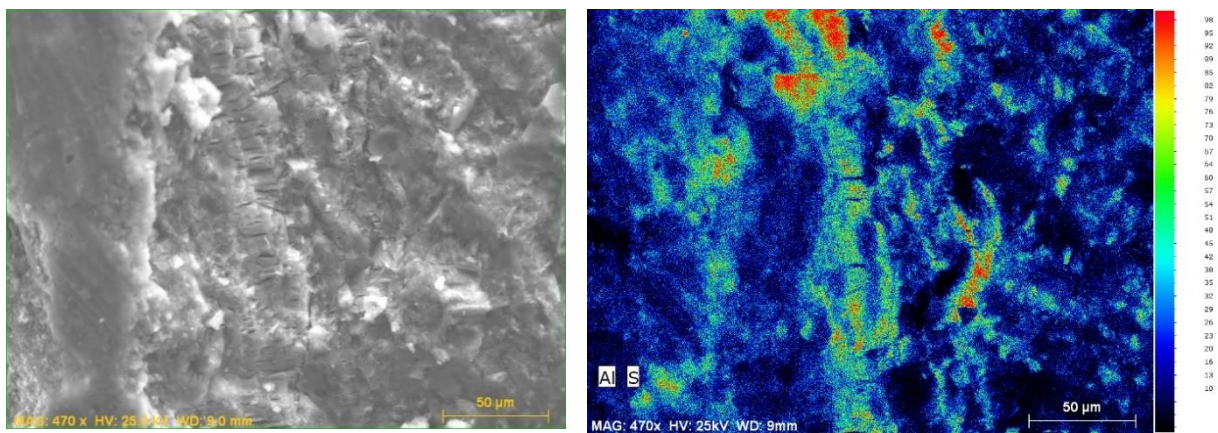
(b) Composite

Figure VI.24 Analyses chimiques des bords dégradés sur composite à 120 jours de conservation. A gauche, image MEB réelle ; à droite en haut, analyse chimique des phases sulfate (S) et aluminates (Al) et à droite en bas analyse chimique de la phases sulfate (S) pour les échantillons de : (a) Pâte de ciment et (b) Composite.





(a) Pâte de ciment



(b) Composite

Figure VI.25 Analyses chimiques des bords dégradés sur fracture fraîche d'éprouvettes conservées à 120 jours : (a) pâte de ciment et (b) composite. A gauche, image MEB réelle ; à droite, analyse chimique des phases sulfate (S) et aluminat (Al).

Les **interfaces** entre la pâte de ciment et le granulat dans les échantillons composites sont observés au MEB-EDS. Les visualisations permettent de constater que l'ettringite ne se développe pas près de l'interface avec le granulat. Sur les cartographies EDS, plusieurs phases sont détectées (Al - S) au niveau de cette zone, mais sans prouver la présence d'ettringite (voir Figure VI.26). En revanche, la formation d'ettringite est détectée sur les bords de la pâte de ciment dans l'éprouvette composite. Ces résultats semblent contredire les observations de Jebli [129], qui a observé une quantité non négligeable d'ettringite près de l'interface sur des éprouvettes composites similaires (voir Figure VI.27), ainsi que d'autres travaux dans la littérature [155][203]. Les résultats obtenus ici, alors opposent la théorie du gonflement présentée par [41], qui démontre que l'interface est une zone privilégiée pour la précipitation de l'ettringite et que le gonflement observé dans le béton est lié à cette précipitation.

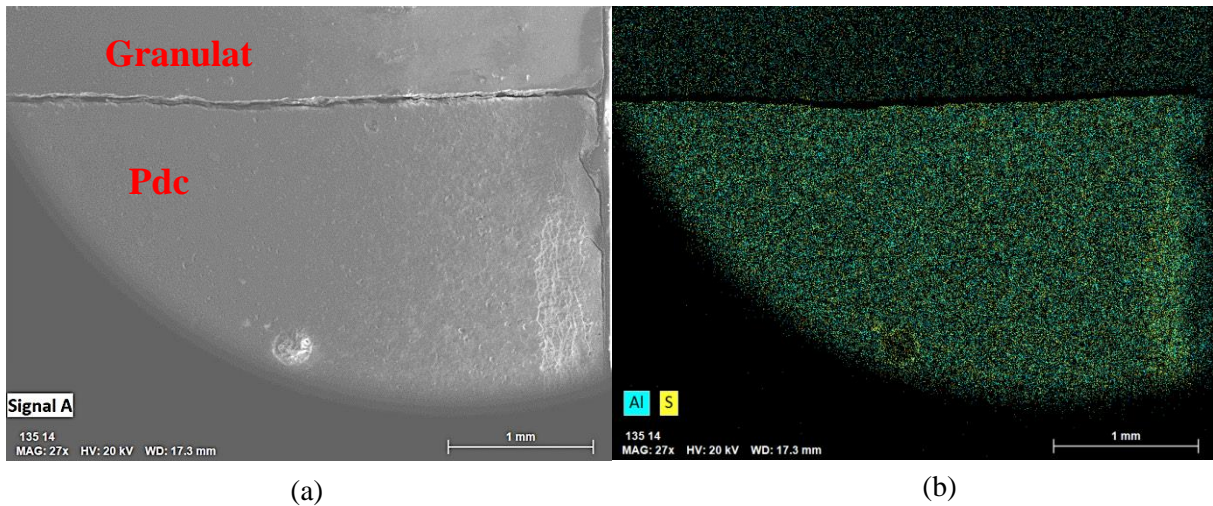


Figure VI.26 Analyses chimiques de l'interface de composite au bout de 10 mois : (a) Image MEB réelle, (b) Analyse chimique des phases sulfate (S) et aluminates (Al).

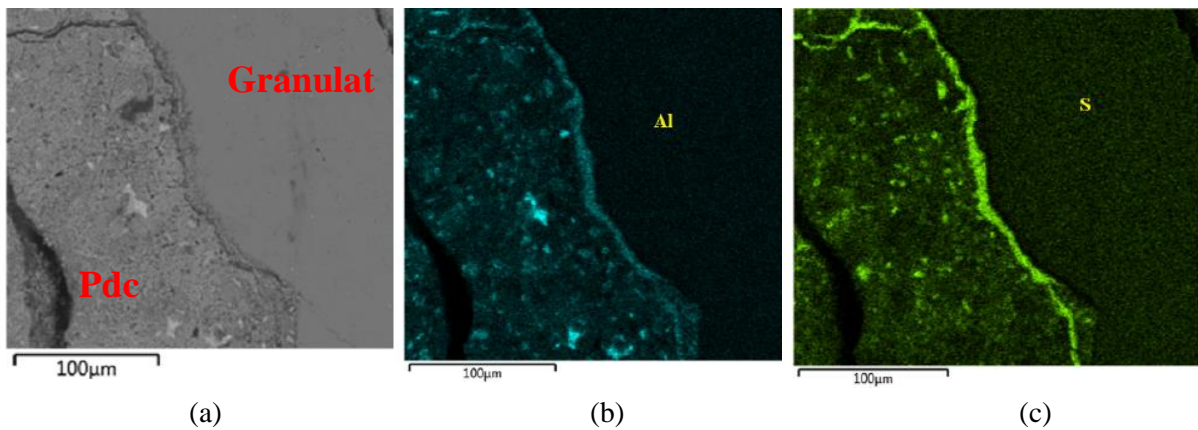


Figure VI.27 Analyses chimiques de l'interface de composite (pâte de ciment/granulat) au bout de 100 jours : (a) Image MEB réelle, (b) Analyse chimique des phases sulfate (S) et aluminates (Al) [129].

## VI.2.5 Analyse par Diffractométrie aux Rayons X (DRX)

Des analyses par diffraction des rayons X (DRX) sont réalisées à l'IRSN de Fontenay-aux-Roses pour suivre la variation minéralogique en fonction de la profondeur et du temps. Un diffractomètre Malvern PANalytical Aeris Research Edition a été utilisé pour collecter les données cristallographiques en utilisant la radiation  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ), avec une tension de travail de 40 kV et une intensité égale à 15 mA (voir Figure VI.29). Les diagrammes DRX sont obtenus en exposant directement la surface polie au faisceau de rayons X, pour une plage angulaire de  $5^\circ$  à  $70^\circ$  et un pas de  $0,01^\circ$ .

L'acquisition se fait de deux façons :

La première consiste à faire l'acquisition directement sur le solide en obtenant les profils selon la profondeur (voir Figure VI.28). Entre deux mesures, une couche d'environ  $150\mu\text{m}$  d'épaisseur est enlevée avec du papier abrasif depuis la surface externe jusqu'au centre de la pâte, parallèlement à la

surface attaquée. Les étapes de préparation de ces échantillons (pâte de ciment et composite) sont illustrées sur la Figure VI.28. En premier, une découpe est faite au milieu des échantillons perpendiculairement à l'axe z. Ensuite, sur l'un des deux échantillons une deuxième découpe est réalisée au milieu perpendiculairement à l'axe x. Deux quarts d'échantillon sont obtenus, l'un d'eux est choisi pour être poli. L'épaisseur de la couche grattée est contrôlée à l'aide d'un comparateur. Ce mode opératoire est réalisé sur les matériaux RSI. Le temps d'acquisition sur la surface polie de l'échantillon est d'environ 20 minutes.

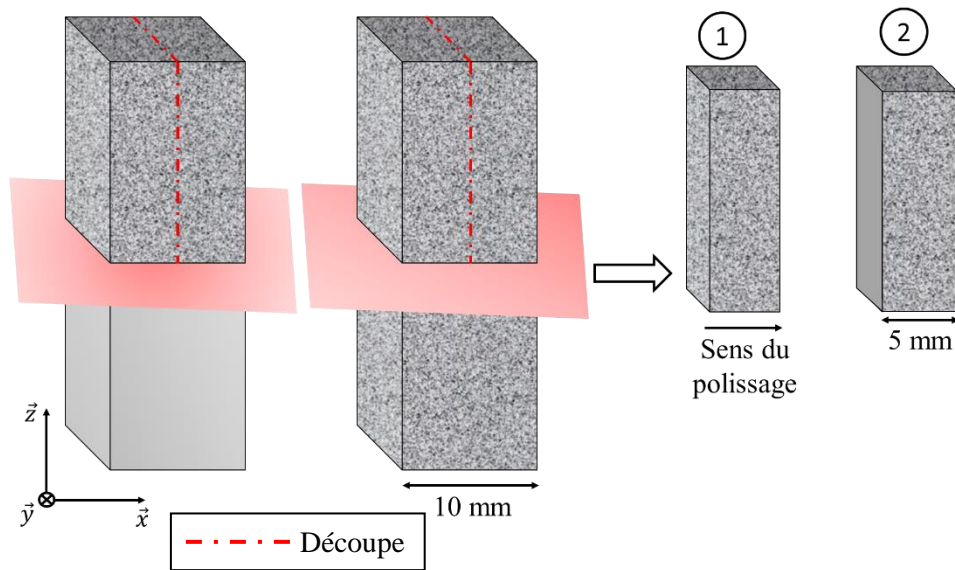


Figure VI.28 Schématisation des étapes de découpe des échantillons RSI (pâte de ciment et composite) pour les analyses DRX par polissage.

La deuxième consiste à broyer finement les échantillons de pâte de ciment et la partie de pâte de ciment des composites (voir Figure VI.29(c)). Elles sont broyées à  $70\mu\text{m}$  à l'aide d'un mortier pour obtenir une poudre homogène. Cette méthode est réalisée uniquement sur les matériaux sains avec un temps d'acquisition de deux heures.

Les résultats DRX sont analysés grâce au logiciel HighScore Expert.

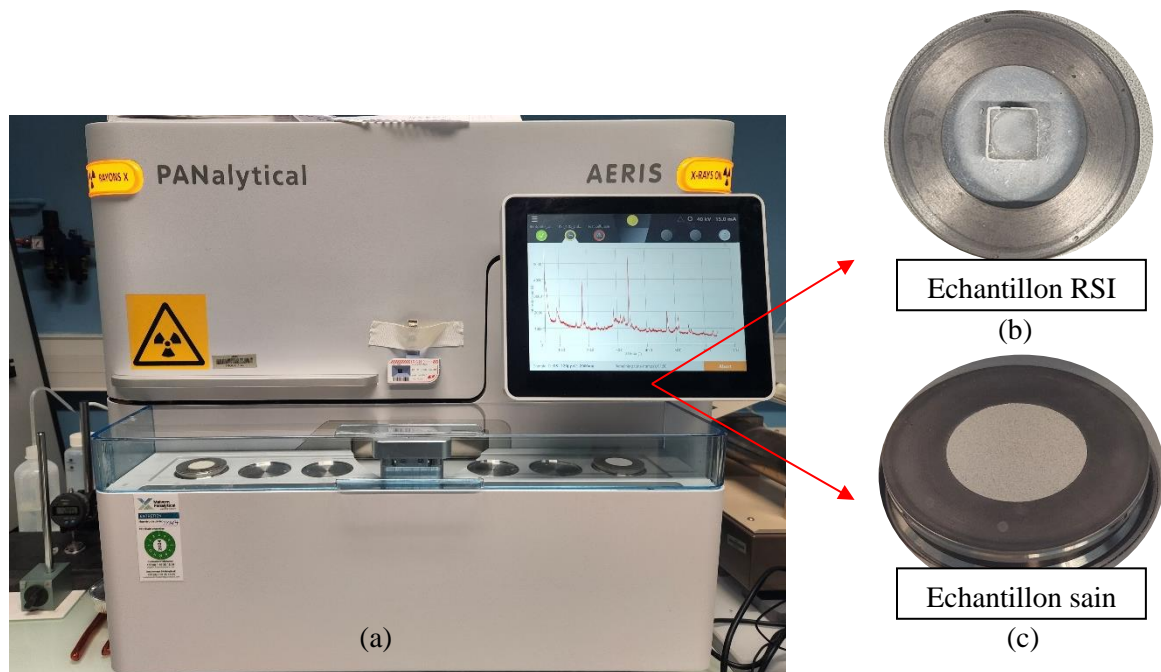


Figure VI.29 (a) Diffractométrie aux rayons X de Malvern PANalytical Aeris Research Edition (PSE Fontenay-aux-Roses, IRSN) ; (b) Surface polie et (c) Poudre de l'échantillon.

La Figure VI.30 et la Figure VI.31 montrent les résultats de ces analyses pour les éprouvettes RSI. Les traits en pointillés sur les diffractogrammes représentent les phases identifiées par le logiciel HighScore (E : Ettringite et C : Calcite). D'autres phases sont détectées avec des pics plus faibles. Les diffractogrammes de la pâte de ciment sont suivis jusqu'à une profondeur de 2000  $\mu\text{m}$ , tandis que ceux du composite sont suivis jusqu'à une profondeur de 2375  $\mu\text{m}$ . Ces spectres confirment une précipitation importante de l'ettringite dans les bords dégradés des échantillons jusqu'à 1600  $\mu\text{m}$  de profondeur. L'intensité des pics d'ettringite (nombre de coups) n'est pas stable ; elle augmente et diminue en fonction de la profondeur. Une quantification de cette précipitation en fonction de la profondeur est réalisée avec le logiciel HighScore (voir Annexe VII.8). L'évolution du taux d'ettringite précipitée dans les deux éprouvettes est représentée sur la Figure VI.32. Jusqu'à 1700  $\mu\text{m}$  de la profondeur, les échantillons de pâte de ciment contiennent une quantité importante d'ettringite (> 70%). Cette quantité diminue avec la profondeur pour atteindre un minimum de 34% à 2000  $\mu\text{m}$ . Bien qu'elle diminue, cette précipitation reste supérieure à la quantité d'ettringite mesurée dans une éprouvette saine (égale à 26%). Pour le composite, une précipitation considérable d'ettringite est détectée entre 40 et 810  $\mu\text{m}$  de profondeur. Cette précipitation diminue toutefois en fonction de la profondeur, atteignant 40% en moyenne pour une profondeur estimée à 1600  $\mu\text{m}$ . Une précipitation d'ettringite inférieure à 12% est détectée à des profondeurs plus importantes (> 1600  $\mu\text{m}$ ). Cette quantité est même inférieure à la quantité d'ettringite mesurée dans l'échantillon sain, qui est de 22%. On peut conclure sur ces évolutions, qu'une quantité d'ettringite importante a précipité dans une profondeur de 1600  $\mu\text{m}$  avec des taux plus élevés

dans la pâte de ciment que dans les composites (bande périphérie riche en ettringite dans la pâte de ciment).

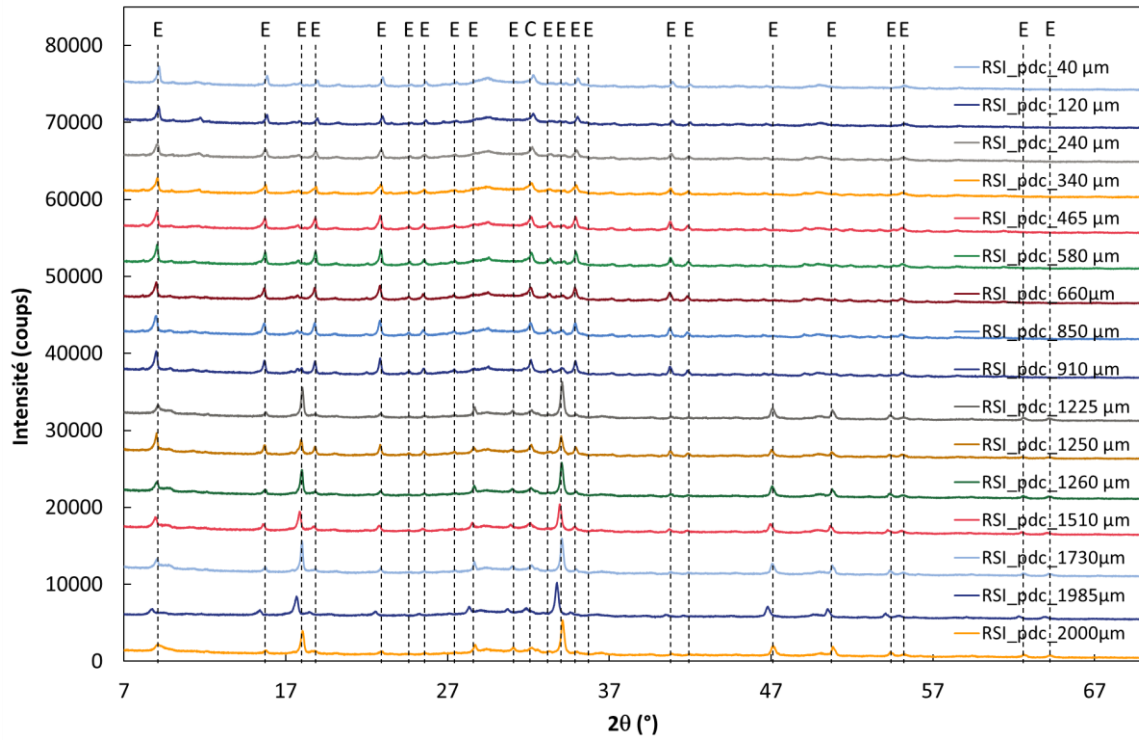


Figure VI.30 Diffractogrammes de la pâte de ciment RSI à 10 mois en fonction de la profondeur (E : Ettringite et C : Calcite).

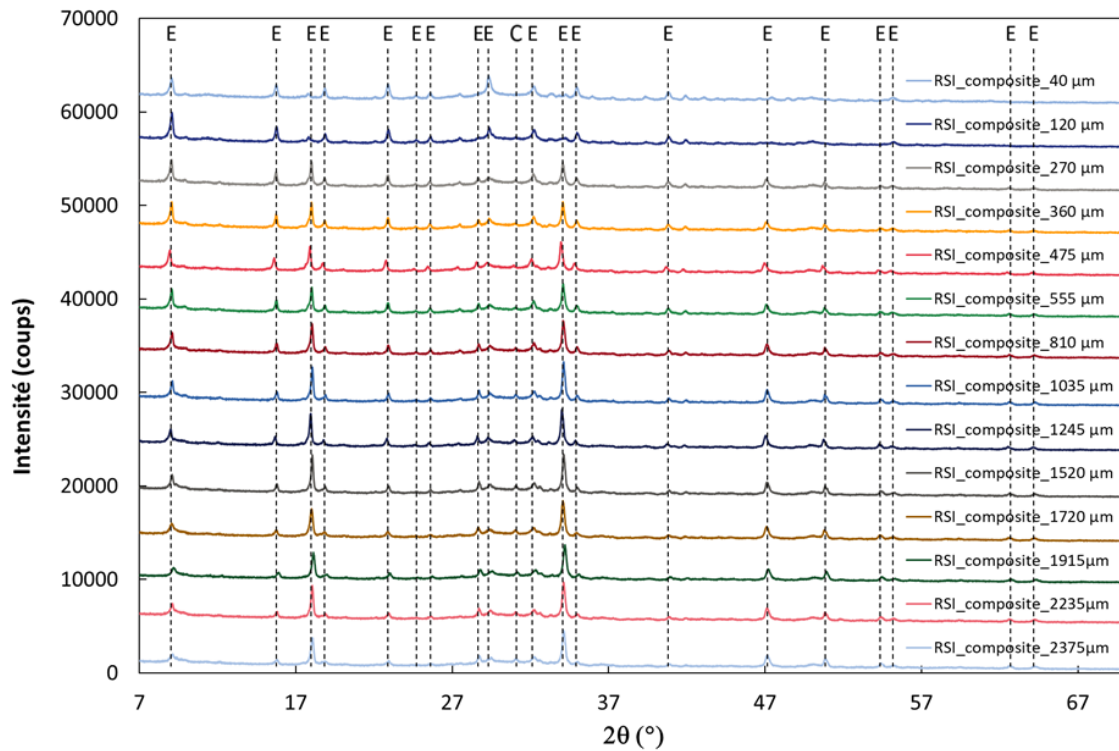


Figure VI.31 Diffractogrammes du composite RSI à 10 mois en fonction de la profondeur (E : Ettringite et C : Calcite).

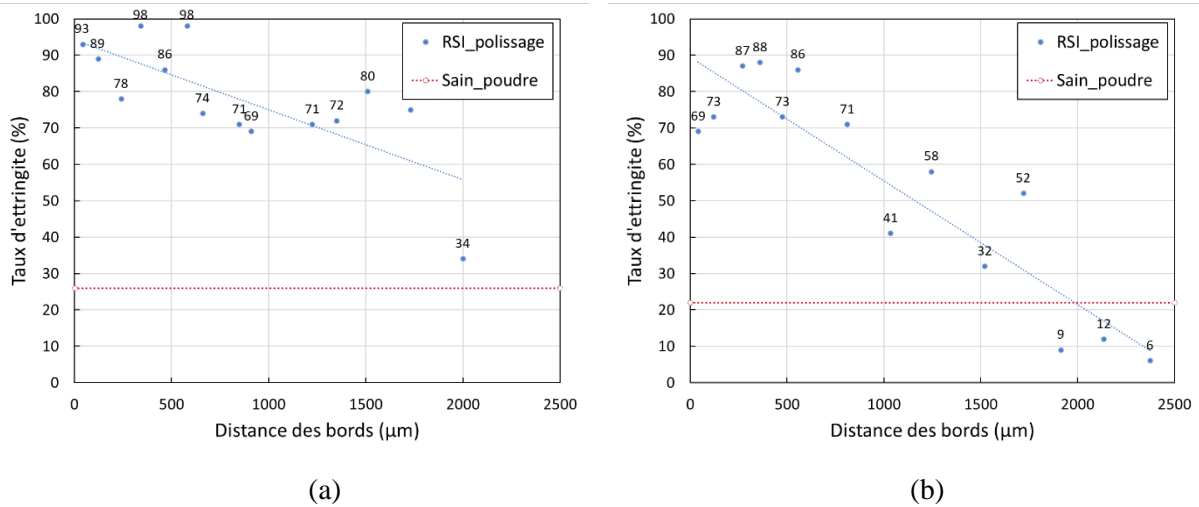


Figure VI.32 Évolution de la quantité d'ettringite précipitée en fonction de la profondeur (extérieur vers intérieur) pour les échantillons RSI (10 mois) et sains : (a) Pâte de ciment, (b) Composite (tendance représentée par la droite en pontillé).

## VI.2.6 Synthèse

Un suivi de l'expansion sur les composites et les pâtes de ciment est effectué tout au long d'une période de conservation de 120 jours. Les éprouvettes pathogènes indiquent une augmentation linéaire du gonflement longitudinal avec le temps, atteignant 0,16% pour la pâte de ciment et 0,18% pour les composites à 120 jours. L'expansion n'est pas stabilisée après 120 jours. Le suivi de l'état de surface révèle à ce stade l'apparition d'un nombre important de fissures. Des analyses approfondies sont ainsi effectuées sur ces matériaux à l'aide d'un microtomographe et d'un MEB-EDS pour deux durées de conservation prolongées (120 jours et 10 mois). Ces analyses montrent que les fissures de surface sont dues à la précipitation d'ettringite dans les pores et sur les bords de l'échantillon ainsi du fait de la formation de fissures qui peuvent être induites par les gradients. Sur les bords, des bandes d'ettringite se sont formées avec une épaisseur augmentant avec le temps de dégradation. Le développement de l'ettringite dans ces deux régions est confirmé par les études chimiques réalisées au MEB-EDS et au DRX. Nous observons également que la dégradation de la surface de l'échantillon pathologique ne donne pas d'indication sur son état de dégradation volumique. Les fissures observées en surface ne sont pas assez profondes et se propagent vers l'intérieur avec le temps. En outre, les fissures de surface ne reflètent pas la dégradation volumique des échantillons. Aucune précipitation d'ettringite n'est détectée dans les éprouvettes composites au niveau de l'interface entre la pâte de ciment et le granulat.

Sur la base de ces résultats de recherches, il est possible de déduire que la mesure du gonflement à la surface des matériaux pathologiques n'est pas un indicateur fiable du développement de la RSI dans le matériau cimentaire. Des analyses microstructurales volumiques ( $\mu$ CT, CIN et mesure de masses) et chimiques, ainsi que des analyses physiques (mesure de la perméabilité et de la porosité), sont

nécessaires pour surveiller la dégradation des éprouvettes et évaluer la propagation des fissures engendrées par le gonflement.

## VI.2.7 Évolutions des propriétés mécaniques

L'influence de la RSI sur les caractéristiques mécaniques de la pâte de ciment et des composites est étudiée dans cette partie sur la base des essais mécaniques de traction, cisaillements directs et de flexion trois points. Plus précisément, il s'agit d'étudier l'effet de la dégradation chimique sur la résistance mécanique des échantillons pour les deux modes de rupture (modes I et II) en fonction de la durée de conservation. L'identification des paramètres cohésifs numériques du modèle cohésif des deux zones (pâte de ciment et interface) sera discutée en se basant sur les essais mécaniques et les analyses microstructurales et physico-chimiques.

### VI.2.7.1 Résistances sous sollicitations directes : traction et cisaillement

Les essais de traction et cisaillement permettent d'évaluer le comportement mécanique des échantillons dégradés sous sollicitation simple afin de mesurer leur résistance à la rupture pour les modes I et II. Des essais sont ainsi réalisés sur les deux types d'échantillons, selon les dispositifs décrits dans la section III.5. Les variations des contraintes à la rupture (modes I et II) des éprouvettes saines et RSI sont présentées sur la Figure VI.33 en fonction du temps de conservation. Pour chaque point de mesure, quatre échantillons sont testés et un écart-type est associé. Pour les deux essais, les échantillons de pâte de ciment sont toujours plus résistants que les composites, aussi bien pour le cas sain que dégradé. La résistance à la rupture de deux types d'échantillons sains et dégradés augmente au début de la période de conservation du fait de la poursuite du processus d'hydratation. Après 60 jours, pour les échantillons sains, et 40 jours pour les échantillons RSI, les résistances à la rupture (traction et cisaillement) des échantillons composites et pâte de ciment diminuent avec la durée de conservation. Malgré cette baisse de résistance, il n'y a pas de différence perceptible entre les matériaux sains et dégradés après 120 jours de conservation. La Table VI.7 résume les résistances moyennées obtenues sur éprouvettes saines et dégradées pour les deux essais au bout de 120 jours.

	Pâte de ciment		Composite	
	Sain	RSI	Sain	RSI
<b>Résistance à la traction (mode I)</b> [MPa]	2,55	2,41	0,79	0,38
<b>Résistance au cisaillement (mode II)</b> [MPa]	4,9	4,2	2	1,85

Table VI.7 Résistances moyennées en traction et cisaillement sur les éprouvettes saines et dégradées.

Après 120 jours, les échantillons de pâte de ciment RSI ont perdu 6% de leur résistance à la traction et 15% de leur résistance au cisaillement alors que les composites ont perdu 50% de leur résistance à la

traction et 8% de leur résistance au cisaillement (cf. Table VI.7). Il n'y a pas de baisse significative de la résistance de ces deux types d'échantillons pour les deux modes de rupture, et le taux de baisse n'est pas le même en fonction de l'essai. Cela est cohérent avec les analyses microstructurales, faites après 120 jours. En effet, il a été observé que des fissures apparaissant à la surface des échantillons (pâte de ciment et composite) ne sont pas assez profondes pour affecter la tenue mécanique et que le cœur des échantillons reste intact, avec une dégradation du volume de 20 à 25% à ce stade (voir Figure VI.13). Dans ce contexte, l'influence de la fissuration externe sur le comportement mécanique des échantillons n'est pas significative.

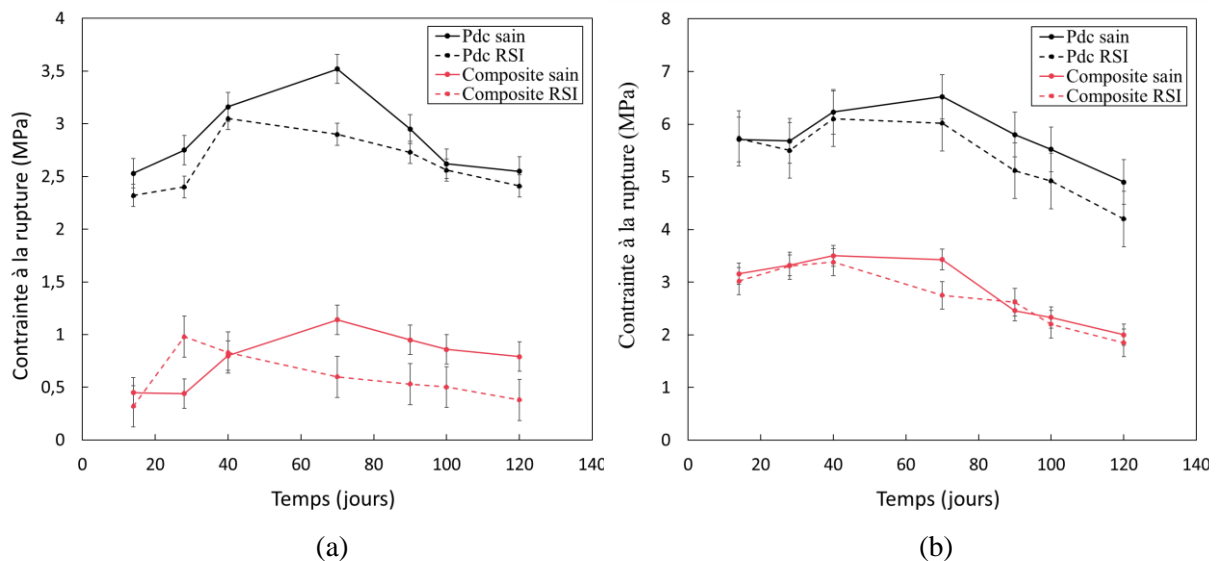


Figure VI.33 Évolution des résistances moyennées du ciment (sain et dégradé) et du composite (sain et dégradé) en fonction du temps de conservation et de l'écart-type associé : (a) Traction, (b) Cisaillement.

### VI.2.7.2 Résistances sous sollicitations mixtes

Le comportement mécanique des éprouvettes dégradées en flexion trois points sous contrainte mixte est maintenant abordé. Ces essais sont réalisés selon le protocole expérimental décrit dans le chapitre III.5.3. À 120 jours de dégradation (soit un taux de dégradation de 20-25%), un chargement excentré est effectué sur les échantillons de pâte de ciment pré-entailé alors qu'un chargement centré est fait sur les composites à interface oblique. Dans l'Annexe VII.10.1 sont tracées les courbes forces/déplacements de ces essais. La Figure VI.34 regroupe les résultats de ces essais.

L'évolution de la force à rupture moyenne des éprouvettes de pâte de ciment saines et RSI est présentée dans la Figure VI.34(a) pour différentes excentricités. La même évolution de la force à rupture moyennée est observée sur les matériaux sains et dégradés : la force augmente en fonction du rapport de mixité ou de l'excentricité. Cette évolution est presque linéaire pour les deux matériaux. En comparant les matériaux sains et RSI, on constate cependant une différence de résistance, avec des résistances plus faibles pour les éprouvettes RSI. Cet écart est estimé à 15% entre matériaux sains et RSI. L'écart-type



des résistances des matériaux sains est en revanche plus important que celui des échantillons RSI, ce qui peut être lié au colmatage des vides (porosités) par l'ettringite dans le cas des échantillons RSI.

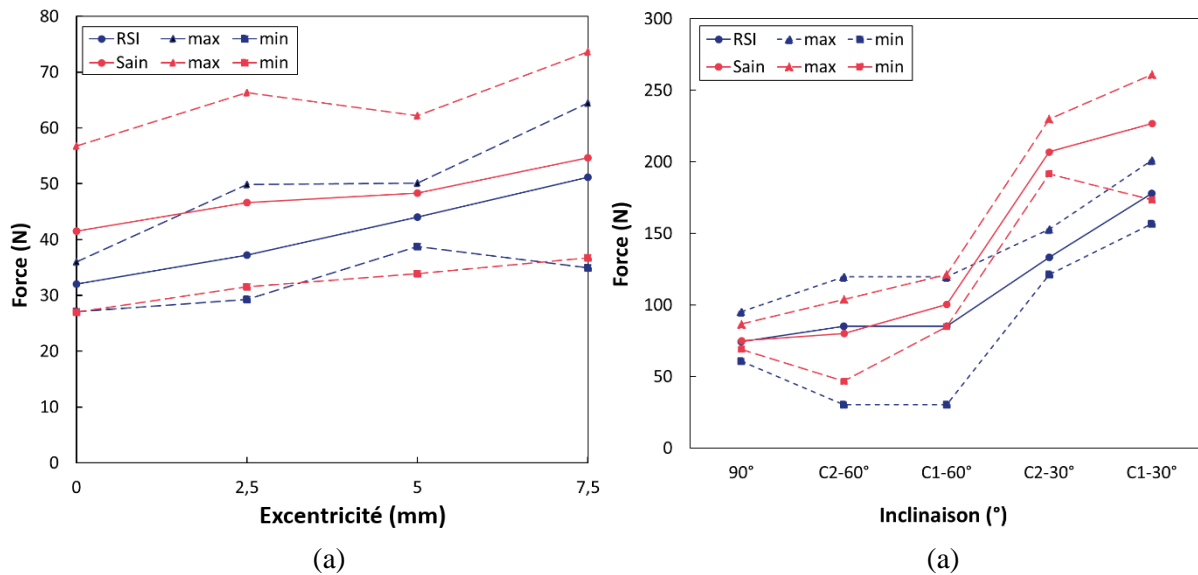


Figure VI.34 Évolution des résistances moyennées des éprouvettes saines et dégradées à 120 jours : (a) Pâte ciment sous flexion trois points excentrée, (b) Composite avec granulat oblique sous flexion trois points centrée.

Comme on peut le voir sur la Figure VI.34(b), la même tendance est observée sur les composites, entre matériaux sains et RSI, avec une force à rupture moyenne augmentant avec le rapport de mixité ou d'inclinaison d'interface. Aucun écart notable n'est constaté avec des inclinaisons de 90° et 60°. En revanche, un écart de 25% à 30% est mesuré avec une inclinaison de 30°. Dans le cas d'interface droit (90°) où l'interface est directement sollicitée, il n'y a pas d'écart entre les matériaux sains et RSI. Ceci signifie que la zone d'interface n'est pas encore dégradée par la RSI ; confirmant ainsi les analyses microstructurales chimiques avec une absence de précipitation d'ettringite au niveau du contact et donc aucune dégradation de l'interface.

Il est important de noter que durant ces essais, la fissuration externe induite par la pathologie de certains échantillons perturbe le comportement mécanique et, de facto, la propagation mixte de la fissure. Les faciès de fissuration des échantillons dégradés pâte de ciment sous flexion trois points excentrée sont illustrés dans la Figure VI.35. On observe des ruptures en mode I (cas  $dx = 0 \text{ mm}$ ) et en mode mixte (cas  $dx = 2,5$  et  $5 \text{ mm}$ ) similaires à celles obtenues sur éprouvettes saines (voir Figure IV.28). Sur ces trois cas, il n'y a pas eu d'influence de la fissuration externe sur le mode de propagation de la fissure des échantillons. En revanche, pour  $dx$  égal à  $7,5 \text{ mm}$ , deux propagations de fissures sont mises en évidence :

- La première s'initie à partir de l'entaille et se propage en mode mixte dans la direction du point d'application de la charge (éprouvettes n° 1, 3, 4, 5 et 7). Elle est observée sur les éprouvettes saines.

- La deuxième n'est pas une propagation mais plutôt un éclatement du bord de certaines éprouvettes. Cet éclatement a lieu du même côté que le chargement et le point d'appui inférieur (éprouvettes n° 2, 6, 8, 9 et 10). C'est une zone de concentration de contraintes dont les bords sont préalablement endommagés par la RSI (voir section VI.2.3 et VI.2.5), ce qui sous-entend une zone plus fragile et sensible. Dans ce cas, l'interface se révèle plus résistante que le bord dégradé de l'échantillon.

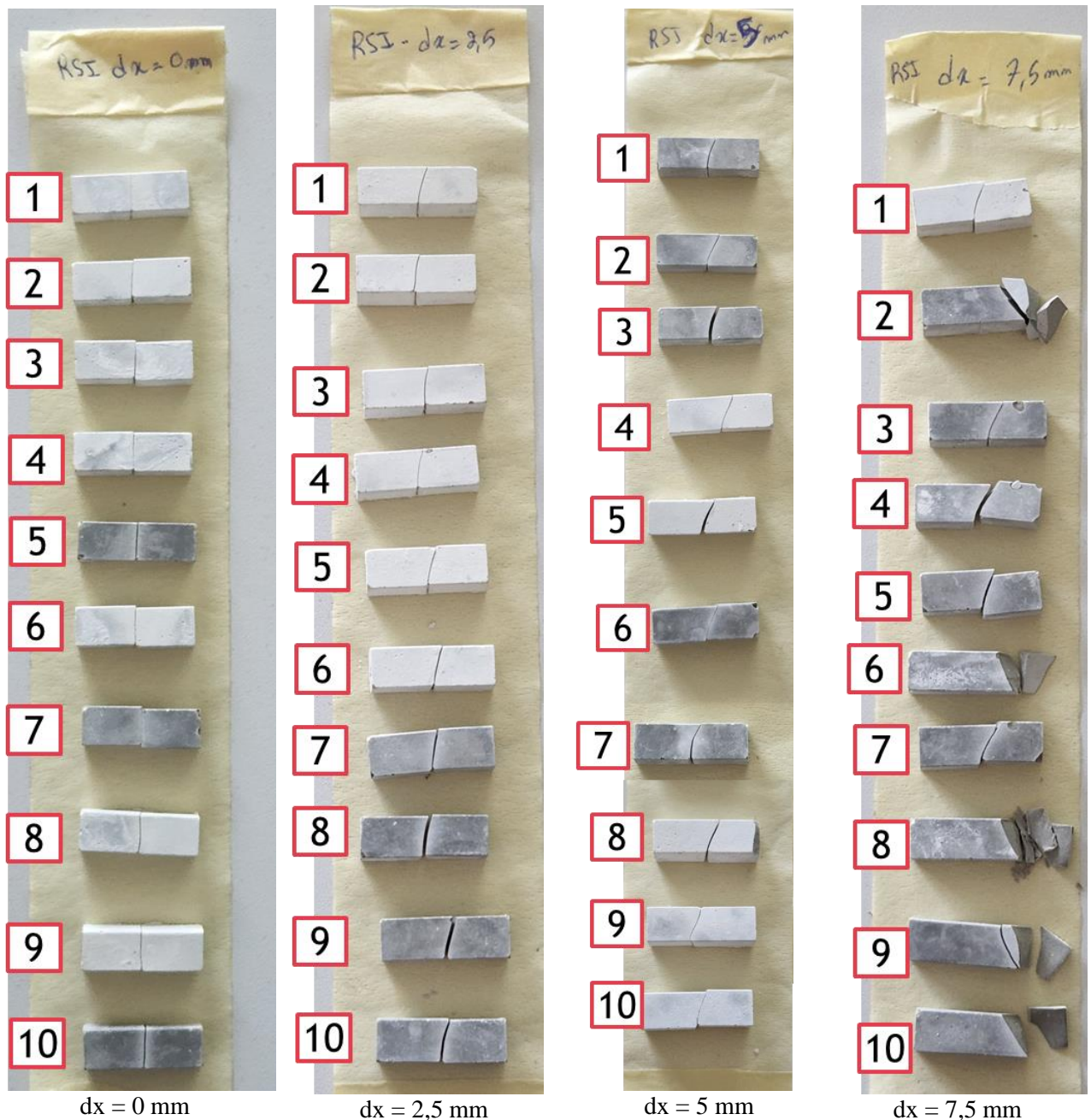


Figure VI.35 Faciès de fissures observés expérimentalement à la suite de l'essai de flexion trois points excentrée effectué sur des échantillons de pâte de ciment pré-entallés RSI après 120 jours.

La Figure VI.36 présente les propagations de fissures observées expérimentalement sur les composites RSI avec un granulats oblique. Dans la plupart des cas, la RSI n'a pas d'effet sur la propagation de la fissure, qui est similaire à celle obtenue sur les échantillons sains (voir section IV.3.3.3). Néanmoins, comme pour la pâte de ciment, l'impact de la RSI sur la propagation des fissures apparaît sur certains échantillons dans la zone faible de concentration des contraintes (qui subit un effort tranchant élevé) avec un amorçage au niveau des bords dégradés en contact avec les points d'appuis.

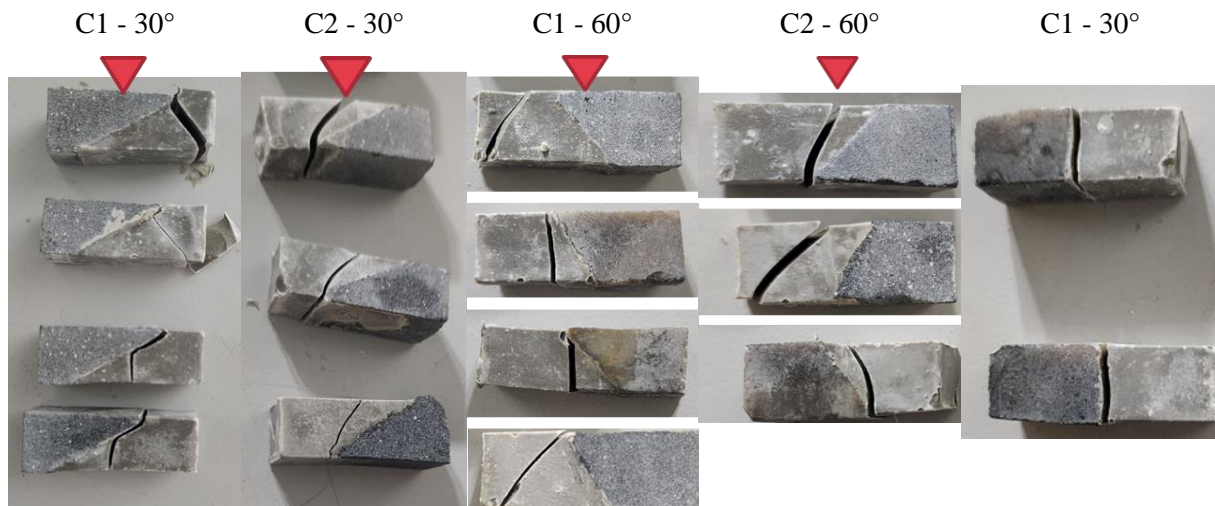


Figure VI.36 Faciès de fissures observées expérimentalement pour l'essai de flexion trois points centrée effectué sur des échantillons composites RSI au bout de 120 jours.

## VI.2.8 Synthèse

La caractérisation mécanique présentée ci-dessus a montré que la résistance de la pâte de ciment et de l'interface au bout de 120 jours sous sollicitation directe (traction ou cisaillement) a diminué de moins de 10% par rapport à des matériaux sains. L'écart-type des échantillons sains et RSI est en revanche important (entre 8 et 11%), en raison du faible nombre d'échantillons testés (4 échantillons). Malgré l'apparition de fissures sur les surfaces externes des échantillons, l'impact de la RSI semble être moins sévère à ce stade de dégradation. En se basant sur ces essais, les contraintes cohésives normales et tangentielles des matériaux RSI peuvent être identifiées à 120 jours.

Concernant le comportement mixte des éprouvettes de pâte de ciment et composites RSI, on remarque également une similarité dans l'évolution de la résistance en fonction des rapports de mixité des matériaux sains et RSI au bout de 120 jours. A ce stade, la dégradation n'est pas assez prononcée pour obtenir des désordres mécaniques visibles et irréversibles. En revanche, l'effet de la pathologie se remarque par une zone de pâte de ciment plus fragile dans certaines éprouvettes avec un faciès de fissuration plus dense sur l'épaisseur externe de l'échantillon. Une différence du chemin de fissuration est ainsi obtenue entre échantillons sains et RSI, notamment sur les composites avec une inclinaison à 60°.

Les analyses microscopiques et physico-chimiques réalisées justifient la faible perte de résistance mécanique des pâtes de ciment et d'interface sous sollicitations simples et mixtes. Ces dernières révèlent que les éprouvettes ne sont dégradées que de 20% après 120 jours, malgré des gonflements importants mesurés et l'apparition de fissures superficielles (entre 0,16% et 0,18%). Par ailleurs, la précipitation d'ettringite en bandes aux bords des éprouvettes confirment la différence de propagation des fissures entre matériaux sains et dégradés dans certaines situations (composites à 60° d'inclinaison).

La dégradation des échantillons pâte de ciment causée par la précipitation hétérogène et aléatoire de l'ettringite rend difficile l'identification des paramètres numériques du modèle cohésif. En effet, la pâte de ciment se trouve dans deux états à chaque niveau de dégradation : une partie saine à cœur et une partie dégradée aux bords. Cela implique d'avoir numériquement deux zones évolutives, avec deux matériaux différents et donc des propriétés mécaniques différentes. Il faudra donc être en mesure d'identifier deux jeux de paramètres cohésifs et élastiques différents, ce qui complique encore le défi de l'identification. Chaque stade de dégradation nécessite d'établir numériquement une valeur de  $\beta_0$  (voir section II.3.2.2) étant l'endommagement initial de la pâte de ciment, comparable au taux d'endommagement mesuré expérimentalement. Même si nous intégrons numériquement une valeur d'endommagement initial, le modèle cohésif utilisé dans cette étude ne tient pas compte de la microfissuration du matériau cimentaire induite par la RSI. Ces dernières ont un impact significatif sur le comportement mécanique ainsi que l'initiation et la propagation de fissures au sein des éprouvettes sollicitées.

En conclusion, à l'échelle locale, les mécanismes engendrés par la RSI dans la pâte de ciment et dans les composites perturbent leur comportement mécanique et, par conséquent, la méthode de détermination des paramètres numériques du modèle cohésif. Afin d'anticiper le stade précoce de la dégradation causée par la précipitation de l'ettringite dans les matériaux cimentaires puis la pression d'ettringite exercée dans la matrice cimentaire en créant de fortes contraintes et des microfissures, le modèle mécanique cohésif proposé ici doit être couplé au modèle poro-physico-chimique développé par Socié [229] qui a déjà montré une certaine efficacité pour prédire le développement de l'ettringite différée et les zones fissurées dans un matériau cimentaire [229][230].

### **VI.3 Échelle mésoscopique**

A l'échelle mésoscopique, seul le comportement mécanique des éprouvettes béton atteintes de RSI est étudié, avec des mesures d'expansion et des mesures de résistance à la rupture (module d'Young, résistances en compression et en flexion). Compte tenu de la durée prolongée du développement de la pathologie (plus de 300 jours) et des limites du temps d'observation à l'issue de cette expérience, l'ensemble des mesures est conduit jusqu'à 170 jours. Toutes les caractérisations et observations chimiques et microstructurales n'ont pas pu être réalisées. La Table VI.8 résume le nombre des échantillons coulés pour la caractérisation de la pathologie à cette échelle.

	Mesures des expansions	Essai de flexion	Essai de compression
Nombre d'échantillon	3 cylindres	15 poutrelles	15 cylindres

Table VI.8 Nombre des échantillons RSI coulés à l'échelle mésoscopique.

### VI.3.1 Protocole de dégradation RSI

Différents cycles hygrothermiques sont utilisés dans la littérature [5][41][135][158][181] pour initier la RSI en fonction de la formulation du béton et de la taille des éprouvettes. Le cycle choisi est « classique » avec une température de 80°C appliquée pendant 3 jours. Comme illustré sur la Figure VI.37, avec une durée totale de 4 jours, ce traitement thermique se compose de quatre phases pendant lesquelles l'humidité relative est maintenue à 98% (proche de la saturation) :

- Phase I (avant la montée) : les éprouvettes sont introduites durant trois heures dans une enceinte climatique programmable dans une salle à 20°C ;
- Phase II (montée) : les éprouvettes subissent une montée progressive en température de 20°C à 80°C avec une vitesse de montée en température de l'ordre de 5°C/h ;
- Phase III (palier) : les éprouvettes sont maintenues à 80°C durant 3 jours ;
- Phase IV (descente) : les éprouvettes subissent un refroidissement progressif en température de 80°C à 20°C avec une vitesse de refroidissement de l'ordre de 5°C/h.

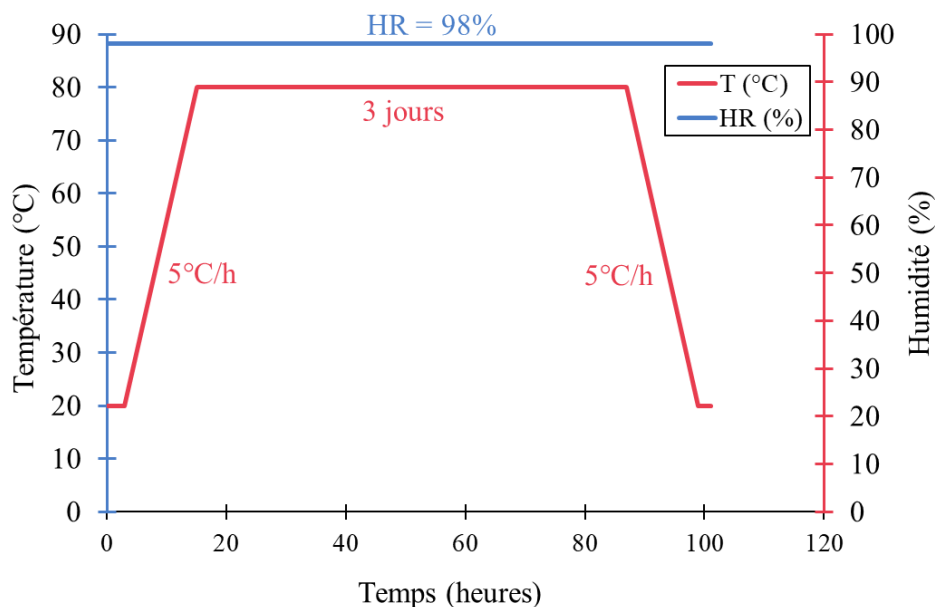


Figure VI.37: Consigne de traitement hygrothermique appliqué aux éprouvettes mésoscopiques destinées à l'étude de la RSI.

Soulignons qu'en choisissant un palier de 80°C, on assure une exposition des bétons à une température suffisamment élevée pour les rendre potentiellement réactifs vis-à-vis de la pathologie RSI. Durant le

cycle de refroidissement, l'enceinte climatique n'a pas correctement suivi la consigne de l'humidité (HR = 98%). Comme pour les petites éprouvettes, des bacs d'eau sont positionnés au fond de l'enceinte pour garantir une ambiance humide. De plus, les moules des poutrelles sont enrobés avec plusieurs couches de film en plastique et les moules des échantillons cylindriques béton sont couverts avec des opercules en plastique et sont placés à l'étuve pour diminuer la perte d'eau par évaporation (voir Figure VI.38(a)). A la fin du traitement thermique, les éprouvettes de béton sont démoulées puis placées dans un bac de conservation à 38°C (voir Figure VI.38(b)) dans une eau déminéralisée. Chaque semaine, le pH de l'eau de conservation est vérifié.



Figure VI.38 (a) Moules cylindriques et parallélépipédiques de béton placés dans l'enceinte climatique avant le début du cycle hygro-thermique et (b) Bac de vieillissement avec thermoplongeur réglé à 38°C.

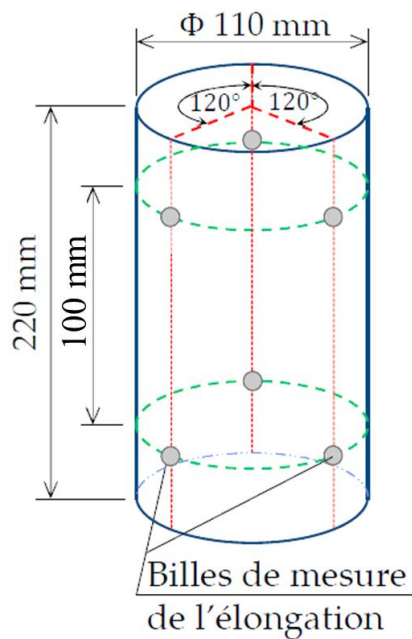
### VI.3.2 Suivi des expansions

L'expansion est l'un des premiers symptômes facilement décelables causés par la RSI. Pour caractériser ce symptôme, l'allongement de trois éprouvettes cylindriques de béton est mesuré au cours du temps. Chaque éprouvette est munie de six plots de mesure orientés par paire sur la hauteur de l'éprouvette suivant une génératrice, comme l'indique la Figure VI.40. Les trois paires de plots sont collées sur la surface de révolution du cylindre pour former entre elles trois génératrices à 120° mesurant l'allongement de l'éprouvette. La hauteur initiale à  $t = 0$  séparant chaque paire de plots est fixée à 100 mm. Les plots, utilisés pour cette étude sont en acier inoxydable et sont fixés le premier jour après le démoulage, étape succédant à la cure thermique. La distance initiale qui sépare deux plots d'une même génératrice est ajustée par comparaison avec une barre étalon (voir Figure VI.39) avant que la colle n'ait durci. Un extensomètre à pointeaux est utilisé pour mesurer la variation de la distance entre chaque paire de plots. C'est la variation de cette longueur au cours du temps qui permet d'évaluer l'expansion de l'éprouvette. La précision absolue de mesure de l'allongement est de 1 $\mu$ m.



Figure VI.39 Extensomètre à pointeaux utilisé pour mesurer les expansions des éprouvettes cylindriques de béton RSI avec sa barre d'étalonnage.

A un temps donné de la dégradation, l'expansion sur chaque génératrice est obtenue en mesurant son allongement divisé par la distance initiale (ici 100mm). L'expansion d'une éprouvette de béton est obtenue en mesurant l'expansion de trois génératrices. Enfin, un point de mesure est obtenu en moyennant les trois expansions des trois éprouvettes.



(a)



(b)

Figure VI.40 Mesure d'allongement : (a) Schéma et (b) photographie d'une éprouvette de béton équipée de plots métalliques.

Le suivi de ces grandeurs est fixé par défaut à une fois par semaine. La Figure VI.41 montre les expansions mesurées sur les trois échantillons en fonction de la durée de conservation dans l'eau (167

jours). On observe que ces trois éprouvettes de béton immergées dans l'eau développent une expansion due à la RSI, avec une évolution différente l'une de l'autre (voir Figure VI.41(d)).

Pour rappel, la méthode LCPC n°66 de l'IFSTTAR [142] fait référence à une limite de gonflement située à 0,04% lors d'un essai de gonflement résiduel. Au-delà de ce seuil, le béton comporte un risque de dégradation par RSI. Ici, l'expansion a atteint la valeur critique de 0,04% à différents jours pour les trois échantillons. Les cylindres C<sub>2</sub> et C<sub>3</sub> atteignent respectivement le seuil à 47 et 40 jours alors que le cylindre C<sub>1</sub> l'atteint plus rapidement en seulement 20 jours. L'expansion due à la formation différée de l'ettringite semble donc être rapide pour cette formulation par rapport aux autres travaux de la littérature [5][146][203] qui atteignent le seuil entre 60 et 90 jours. A la fin de la durée d'observation, on note que l'expansion de l'éprouvette mesurée sur les trois génératrices (G<sub>i</sub>) est différente mais proche de la valeur moyenne avec un écart de 1% au début (pour 30 jours de conservation) et de 2% à la fin. L'expansion moyenne du C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub> atteignait 1,1% contre 1,3% pour C<sub>3</sub>. Le gonflement n'est pas ralenti à la fin de la durée d'observation ; ce qui suggère une continuation de la formation de l'ettringite différée et donc de la dégradation. La cinétique de gonflement étant rapide à 170 jours, elle indique que la pathologie RSI est en pleine phase d'accélération (selon la courbe sigmoïde de Brunetaud [41]).

La Figure VI.42 présente des photos d'échantillons de béton à 60, 120 et 167 jours de conservation. On observe la progression de la fissuration superficielle de ces échantillons RSI. Les fissures apparaissent au bout de 77 jours. Les cylindres sont fissurés d'un côté plus que de l'autre, et leur expansion est plus prononcée sur les faces supérieures des éprouvettes (en position de moulage). Selon la zone de développement des expansions, l'expansion est anisotrope. Des fissures avec des ouvertures d'environ 1 mm sont observées sur les échantillons après 167 jours. Ces fissures se développent sous la forme de nids d'abeilles, qui ont été reconnus dans la littérature comme des signes particuliers de RSI [135].



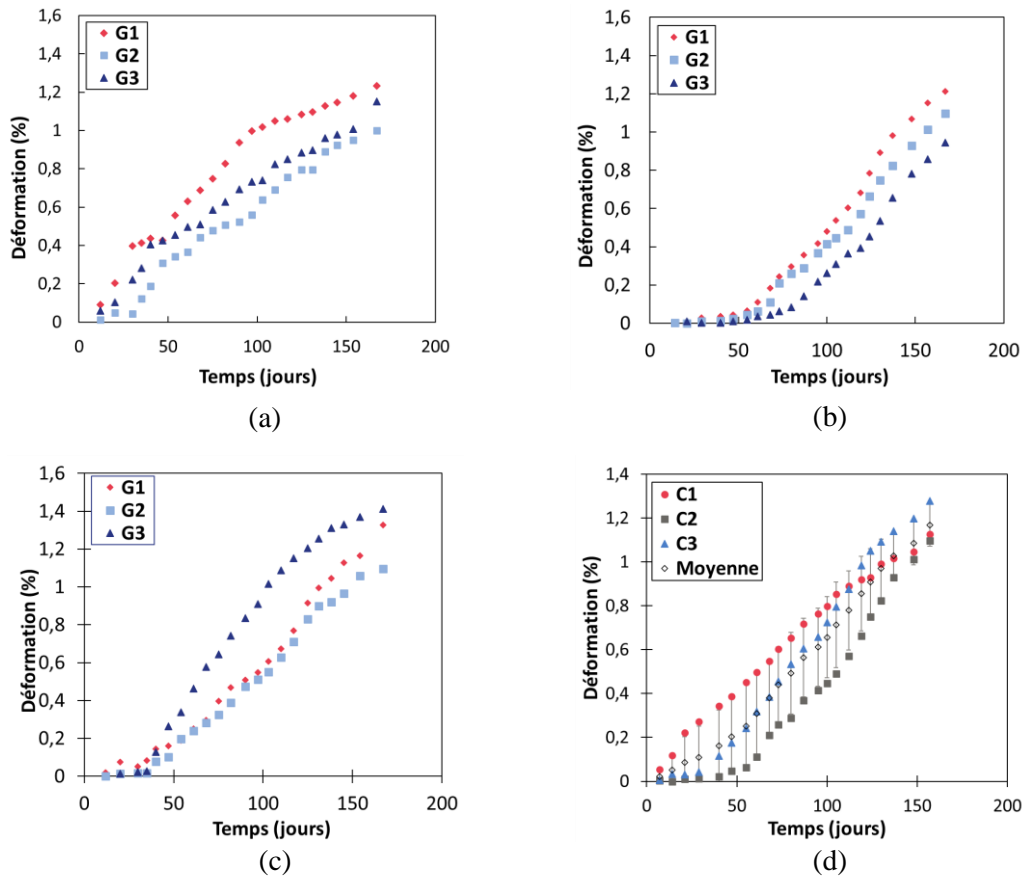


Figure VI.41 Profils des expansions sur les trois génératrices des trois cylindres de béton en fonction de l'âge de conservation dans l'eau maintenue à 38 °C : cylindres (a) C<sub>1</sub> ; (b) C<sub>2</sub> ; (c) C<sub>3</sub> et (d) moyenne des trois génératrices pour chaque cylindre avec la moyenne des trois cylindres.

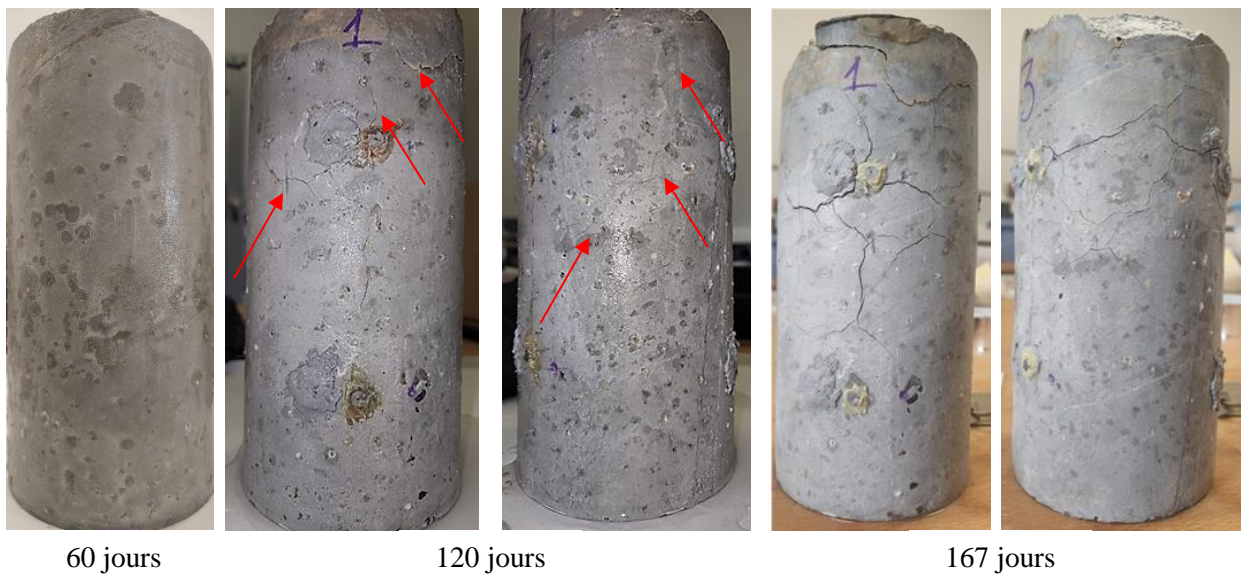


Figure VI.42 Photos des cylindres RSI à différents temps de conservation : 60, 120 et 167 jours (les fissures à 120 jours sont pointées par des flèches rouges).

La procédure expérimentale suivie a permis de déclencher un phénomène de gonflement et par la suite une dégradation visuelle des échantillons par faïençage externe. A ce stade, l'expansion n'a pas encore atteint la valeur maximale (palier) mais se trouve en pleine phase d'accélération de la dégradation (phase 3 évoquée par Brunetaud [41] – Figure VII.8). Compte tenu de la longue durée pour développer la pathologie et d'un incident survenu, il n'est plus possible de recouler des éprouvettes dans les mêmes conditions pour suivre le gonflement après 170 jours

### VI.3.3 Évolutions des propriétés mécaniques

Dans cette partie, nous caractérisons les propriétés mécaniques des échantillons atteints de la RSI en déterminant la résistance en compression, le module d'Young et le comportement mécanique sous flexion trois points. Les essais sont réalisés sur les échantillons cylindriques (11x22 cm) et parallélépipédiques (8x8x32 cm<sup>3</sup>) tous les deux mois. Compte tenu de la durée prolongée du développement de la pathologie (plus de 300 jours) et des limites du temps d'observation à l'issue de cette expérience, les mesures décrites dans cette section sont limitées à 120 jours. A ce stade, la pathologie ne s'est pas encore stabilisée mais se trouve en plein dans la phase d'accélération de la dégradation.

#### VI.3.3.1 Résistances en compression

Les mesures des modules d'Young et de la résistance à la compression sont présentées sur la Figure VI.43 à 60 et 120 jours de conservation. Trois essais de compression (destructifs et non destructifs) sont réalisés sur les cylindriques RSI tous les 60 jours de conservation. Au bout de 120 jours, nous constatons une baisse progressive du module d'Young et de la résistance à la compression respectivement de l'ordre de 8% et 11%. Cela correspond à une expansion attribuable à la RSI entre 0,40% et 0,6%. Le développement de la RSI en début d'expansion semble avoir un impact sur les caractéristiques mécaniques du béton.

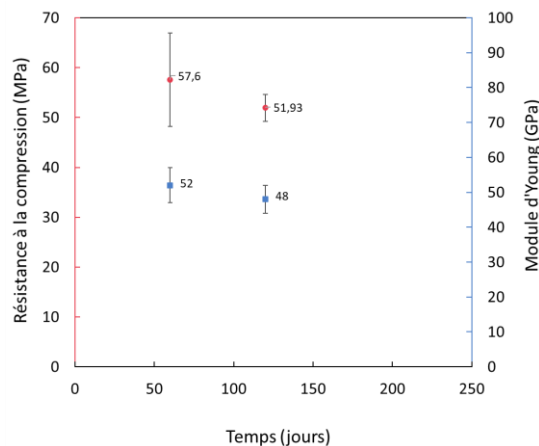


Figure VI.43 Évolutions de la résistance à la compression et du module d'Young des bétons RSI en fonction du temps de conservation.

### VI.3.3.2 Résistances en flexion trois points

Des essais de flexion trois points sont entrepris sur trois poutrelles RSI à 60 et 120 jours de conservation. Les réponses mécaniques des forces en fonction du déplacement de ces essais sont présentées sur la Figure VI.44.

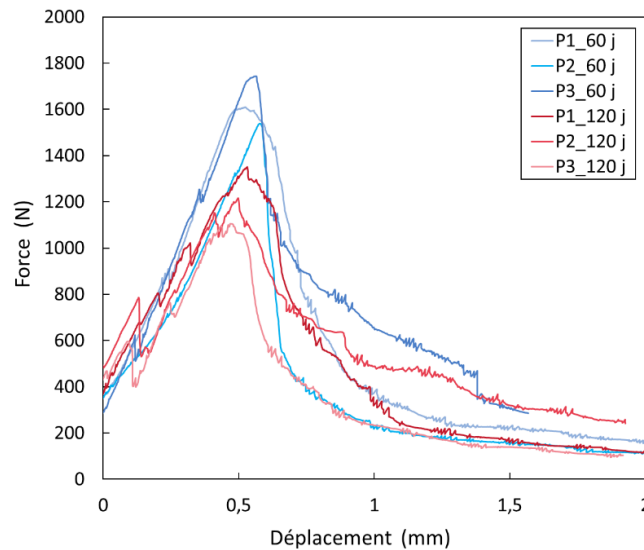


Figure VI.44 Évolution des réponses mécaniques des poutrelles ( $8 \times 8 \times 32 \text{ cm}^3$ ) RSI à 60 et 120 jours de conservation.

Les courbes en bleu et rouge représentent respectivement les éprouvettes obtenues à 60 et à 120 jours de dégradation. Celles sur le matériau sain sont tracées sur la Figure V.8 (cf. Chapitre V). On voit que la résistance à la rupture en flexion diminue avec le temps de dégradation, avec une perte de 25% pour une expansion comprise entre 0,40% et 0,6%. Ces résultats sont donc en accord avec ceux obtenus précédemment.

La Figure VI.45 montre l'état de surface des poutrelles RSI au bout de 120 jours avant de réaliser ces essais. On observe l'apparition des fissures sur les surfaces extérieures des poutrelles. L'épaisseur des fissures varie avec des ouvertures plus larges aux bords et sur les faces basses des poutrelles ( $\sim 1 \text{ mm}$ ) et d'autres moins larges sur les autres faces ( $> 0,5 \text{ mm}$ ). Ces fissures ont peu d'effet sur l'amorçage des fissures dans le cas du chargement mécanique centré, qui se produit toujours dans la zone d'entaille.

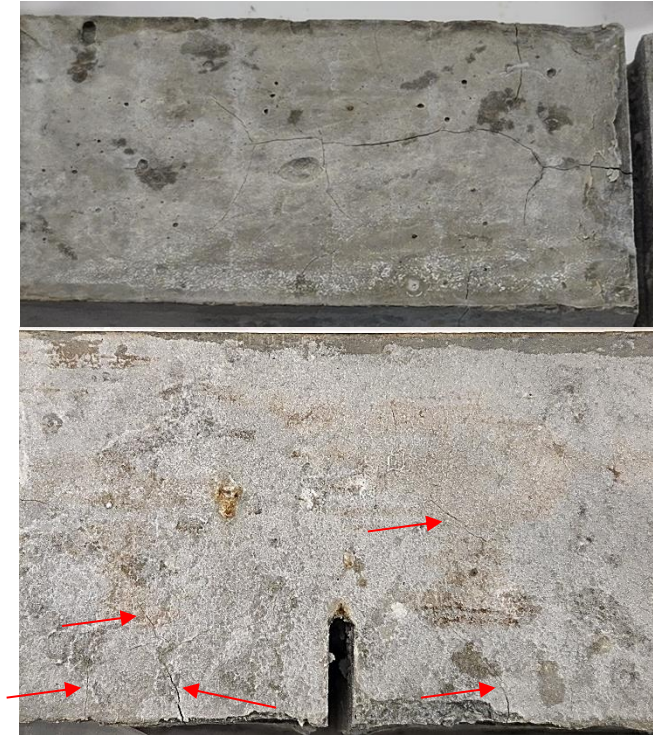


Figure VI.45 Photos des poutrelles RSI à 120 jours de dégradation (les fissures sont pointées par des flèches rouges).

### VI.3.4 Discussions

À l'échelle mésoscopique, cette campagne expérimentale a permis d'observer l'effet d'échelle. La RSI est bien plus lente à se manifester sur des échantillons de plus grande taille que les échantillons centimétriques, avec des ordres de grandeur en gonflement comparables avec les résultats de la littérature, même si la formulation du béton retenue ici ne considère que du ciment et des granulats siliceux. Des essais de caractérisation mécanique sur échantillons dégradés sont effectués pour déterminer les résistances à la compression et en flexion, et le module d'Young. Cette étude de la RSI est complétée par des mesures de gonflement sur les éprouvettes cylindriques à l'aide d'un extensomètre ; un gonflement de 1,2% est mesuré à 167 jours. Ces essais mécaniques de compression et de flexion ont permis de visualiser l'effet de la RSI sur les propriétés mécaniques, avec une perte de la résistance à la compression de 11% et en flexion de 25% après 167 jours.

Le travail réalisé a été fortement perturbé par un incident survenu qui a malheureusement empêché de finaliser l'étude sur les mesures des expansions et l'évolution des caractéristiques mécaniques sur des durées de conservation plus longues (jusqu'à 300 jours). De plus, des observations microstructurales complémentaires au MEB en fracturation fraîche, au DRX et au  $\mu$ -tomographie seraient nécessaires pour confirmer la présence de cette pathologie dans ces éprouvettes mésoscopiques.

En revanche, cette campagne expérimentale à l'échelle mésoscopique nous a permis de valider le protocole de vieillissement et les dispositifs de caractérisation mécanique. Cette campagne devra néanmoins être reprise et complétée pour finaliser une base de données expérimentale RSI

mésoscopiques. En effet, cette base de données s'avère primordiale pour la poursuite de ces travaux lorsqu'il faudra appliquer et confronter ces résultats à un modèle numérique prédictif du comportement chimio-mécanique du béton atteint de RSI à l'échelle mésoscopique.

## **VI.4 Conclusion**

Pour permettre la détection de la RSI, une démarche multi-échelle a été proposée dans le chapitre VI. Ce chapitre a permis le suivi multi-échelle de l'évolution des propriétés mécaniques et physico-chimiques d'un béton atteint de la RSI.

Dans un premier temps, le suivi de l'évolution de la RSI à l'échelle locale a permis de confirmer l'existence de la pathologie dans les deux types d'échantillons (pâte de ciment et composites). Les expansions mesurées sur ces échantillons ont montré un gonflement à cinétique linéaire. Les analyses physico-chimiques effectuées sur ces échantillons ont révélé l'existence d'ettringite dans les pores, sous forme massive et d'aiguilles, ainsi que le long des bords des échantillons sous forme de bandes de faisceaux d'ettringite successifs. Au cours de la dégradation, l'épaisseur de ces bandes augmente pour atteindre environ 2mm au bout de 10 mois. Les endommagements et les fissures observés à la surface et sur les bords semblent être le résultat de la précipitation de l'ettringite, témoignant ainsi de l'apparition de la RSI. En revanche, ces analyses montrent qu'aucune précipitation d'ettringite n'est détectée au niveau de l'interface des éprouvettes composites.

Dans un deuxième temps, des essais de traction et cisaillement directs ont été réalisés sur les échantillons de pâte de ciment et composite RSI dans le but d'estimer leurs résistances en modes purs de fissurations. Au bout de 120 jours, ces essais montrent une différence assez faible entre les contraintes à la rupture des matériaux sains et RSI pour les deux modes de rupture. L'étude du comportement mécanique en mode mixte des échantillons pathologiques montre au bout de 120 jours que l'impact de la RSI semble moins prononcé à ce stade de dégradation. Cependant, l'effet de la RSI est observé par une différence de propagation de fissures dans certains cas entre les éprouvettes saines et RSI. Ainsi, la précipitation d'ettringite en forme de bandes aux bords des éprouvettes confirment des différences de propagation des fissures entre matériaux sains et dégradés.

Les analyses microscopiques et physico-chimiques révèlent que les éprouvettes ne sont dégradées que de 20% après 120 jours, malgré des gonflements mesurés importants (~ 0,18%) et l'apparition de fissures superficielles, ce qui justifie une faible perte de résistance mécanique des pâtes de ciment et d'interface.

À l'échelle mésoscopique, l'influence de la pathologie sur des échantillons de bétons est ensuite présentée, pour un temps de conservation de 170 jours. Des résultats préliminaires sur essais mécaniques et suivis d'expansions sont obtenus. Ils montrent l'efficacité du protocole expérimental mis en place. Les résistances mécaniques, ainsi que le module d'Young commencent à chuter avant une augmentation

non négligeable du gonflement. Cette étude nécessite des analyses complémentaires microstructurales (MEB, fracturation fraîche, DRX et  $\mu$ -tomographie) non réalisables au cours de ces travaux de thèse.

Cependant, la dégradation de la pâte de ciment due à la RSI causée par la précipitation hétérogène et aléatoire de l'ettringite rend difficile l'identification des paramètres numériques du modèle cohésif. À l'échelle locale, les mécanismes engendrés par la RSI dans la pâte de ciment et dans les composites perturbent leur comportement mécanique et, par conséquent, la méthode de détermination des paramètres numériques du modèle cohésif. Ainsi la remontée d'échelle n'a pas été faite sur le matériau atteint de la RSI.

Afin d'assurer une prédiction précise des paramètres numériques cohésifs des éprouvettes RSI, il faut tout d'abord prédire la dégradation causée par la précipitation de l'ettringite dans les matériaux cimentaires, ainsi que la pression de l'ettringite exercée dans la matrice cimentaire en créant de fortes contraintes et des microfissures. Pour ce faire le modèle mécanique cohésif proposé ici doit être couplé au modèle poro-physico-chimique développé par Socié [229]. Ce dernier qui prend en compte le transport et la diffusion d'espèces chimiques dans la pâte de ciment et a déjà montré une certaine efficacité dans la prédiction du développement des réactions sulfatiques (gonflement, fissuration et précipitation d'ettringite) [230].

# Conclusion générale et perspectives

## Conclusion générale

Ce travail s'inscrit dans le cadre de l'extension de la durée de vie des centrales nucléaires en proposant d'évaluer le comportement mécanique du béton vieilli, constituant la troisième et dernière barrière de confinement. Parmi les mécanismes de vieillissements du béton, ce travail de thèse a porté son attention sur la Réaction Sulfatique Interne (RSI). Cette pathologie est caractérisée par la précipitation d'une phase solide, l'ettringite, dans les espaces vides du matériau durci entraînant ainsi des gonflements locaux dans la pâte de ciment et une fissuration du matériau suite à des déformations différenciées.

L'objectif premier de la thèse était de développer un outil numérique prédictif du comportement mécanique des bétons atteints, de la pathologie RSI, dans une démarche multi-échelle. Pour ce faire, l'outil numérique développé devait déjà être capable de prédire la fissuration d'un béton sain, de l'échelle de l'interface pâte de ciment-granulat à l'échelle d'un volume élémentaire représentatif. Ensuite, le défi était de comprendre les mécanismes de la RSI à l'échelle locale afin d'être en mesure d'identifier les paramètres mécaniques nécessaires à la mise en place d'un modèle micromécanique (aussi bien dans le cas d'un matériau sain qu'atteint de la RSI).

Ce modèle micromécanique se base sur un comportement volumique élastique isotrope de la phase cimentaire et de la phase granulaire et sur des modèles cohésifs résumant par un endommagement surfacique tous les mécanismes de dégradation et de fissuration. Ces comportements élémentaires volumiques et surfaciques sont identifiés à l'échelle locale des phases par des essais expérimentaux innovants puis permettant de prédire la fissuration d'un béton à l'échelle d'une importante collection de granulats et de confronter cette prédiction aux essais mécaniques, de type fissuration par flexion trois points.

Ce travail de thèse a permis, d'une part, d'élaborer et de mettre en place une démarche d'identification des paramètres cohésifs à l'échelle de l'interface ciment/granulat et, d'autre part, d'évaluer la robustesse du modèle au changement d'échelle, en prédisant numériquement la fissuration et la rupture des matériaux cimentaires. L'originalité de ce travail est d'allier à la fois simulations numériques et expérimentations, dans une démarche multi-échelle. Dans un premier temps, ces identifications à l'échelle locale et la remontée d'échelles ont été réalisées sur des éprouvettes « saines ». Dans un deuxième temps, le modèle prédictif de remontée d'échelles a été appliqué sur les matériaux atteints de la RSI. Pour ce faire, une caractérisation expérimentale multi-échelle de la dégradation du béton provoquée par la RSI a été mise en œuvre, accompagnée d'une étude chimio-mécanique et d'observations microstructurales sur le développement de la pathologie aux échelles locale et mésoscopique, ainsi qu'une confrontation des résultats obtenus pour des échantillons sains.

L'étude bibliographique a permis de mettre en avant le comportement quasi-fragile du béton comme matériau hétérogène ainsi que les zones privilégiées à la propagation de fissures : l'interface pâte de ciment/granulat puis la matrice cimentaire.

À l'échelle locale, pour modéliser l'initiation et la propagation de fissures au niveau de ces deux zones, des modèles de zones cohésives ont été introduits. Les contraintes cohésives d'ouverture normal et de glissement tangentiel ont été identifiées sur des échantillons de pâte de ciment pure et composites de dimensions 10x10x30 mm<sup>3</sup>.

Un essai de flexion trois points adaptable à l'échelle de l'interface ciment/granulat a été proposé afin de calibrer les ténacités des modèles cohésifs en mode I et sous sollicitation complexe. Pour le comportement en mode mixte de la pâte de ciment, un essai de flexion à trois points a été appliqué sur des éprouvettes pré-entaillées avec une charge « excentrée ». Pour le composite ciment/granulat, c'est un essai de flexion trois points qui a été mené sur des échantillons spécifiques à interface oblique avec un chargement centré. L'effet du rapport de mixité de chargement (charge tangente/normale) sur la rupture en mode combiné a été étudié sur ces deux types d'échantillons. Les confrontations qualitatives et quantitatives des simulations numériques avec les essais expérimentaux ont permis de démontrer que la loi cohésive retenue pour cette étude révèle une efficacité satisfaisante pour modéliser le comportement en mode mixte des matériaux cimentaires sains à l'échelle locale du matériau.

Les résultats de l'identification des paramètres cohésifs à partir de ces essais expérimentaux à l'échelle locale ont ensuite été utilisés pour la mise en place d'un modèle prédictif du comportement mécanique du béton à l'échelle mésoscopique. Pour ce faire, la réponse mécanique en flexion trois points de poutrelles de « béton numérique » a été étudiée en testant dix distributions spatiales des granulats dans le béton numérique ; ces distributions sont choisies « équivalentes en fraction volumique » à la formulation expérimentale du béton utilisé. La réponse mécanique de ces dix tirages a été faite par comparaison avec les résultats expérimentaux réalisés sur sept poutrelles. Cette validation a été complétée par une analyse des tortuosités des phases qui interviennent dans la propagation de la fissure. Cette analyse a permis également d'apporter des éléments de réponse concernant la réponse mécanique pour différentes distributions granulaires avec des prédictions satisfaisantes des réponses expérimentales malgré une surestimation de la résistance mécanique. Cette surestimation peut s'expliquer par une différence de configuration des essais expérimentaux en 3D et des simulations numériques en 2D.

Une démarche multi-échelles a finalement été proposée pour permettre la détection et le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques et physico-chimiques du béton au cours du développement de la RSI. Pour la caractérisation multi-échelles, des échantillons RSI, plusieurs campagnes expérimentales



ont été réalisées dans différents laboratoires<sup>4</sup>. Ils ont conduit à des résultats originaux qui nous ont permis de mieux comprendre le développement de la RSI à l'échelle locale.

Des caractérisations physico-chimiques et mécaniques, des mesures originales d'expansions et d'analyses physico-chimiques ont révélé l'existence d'ettringite dans les pores sous forme massive et d'aiguilles, ainsi que le long des bordures des échantillons sous forme de bandes de faisceaux d'ettringite successifs. Les analyses par  $\mu$ CT et DRX ont montré qu'avec l'avancée de la dégradation, l'épaisseur de ces bandes augmente pour atteindre environ 2mm au bout de 10 mois. Les fissures et les endommagements observés à la surface et sur les bords semblent le résultat de la précipitation de l'ettringite, ce qui témoigne de l'apparition d'une RSI. En revanche, ces analyses n'ont montré aucune précipitation d'ettringite au niveau de l'interface des éprouvettes composites. L'évolution de la résistance à la rupture en traction et en cisaillement directs a été étudiée sur les échantillons de pâte de ciment et les composites atteints de RSI. Ces essais ont montré une différence négligeable entre les contraintes à la rupture des matériaux sains et atteints de RSI pour les deux modes de rupture, au bout de 120 jours de conservation. L'étude du comportement mécanique en mode mixte des échantillons pathologiques au bout de 120 jours a montré que l'impact de la RSI reste peu prononcé à ce stade. Cependant, les pré-endommagements des échantillons atteints de RSI ont une influence sur la propagation des fissures dans le cas des essais de flexion trois points. La précipitation d'ettringite sous forme de bandes aux bords des éprouvettes a clairement été identifiée comme l'origine de la différence de propagation des fissures entre matériaux sains et dégradés.

Les analyses microscopiques et physico-chimiques ont révélé que les éprouvettes ne sont dégradées que de 20 % après 120 jours, malgré des gonflements mesurés et l'apparition de fissures superficielles, ce qui justifie la faible perte de résistance mécanique des pâtes de ciment et de l'interface.

À l'échelle mésoscopique, l'influence de la pathologie sur les échantillons de bétons a été réalisée, pour un temps d'observation limité à 170 jours. Une campagne expérimentale originale d'essai de flexion trois points sur les matériaux RSI a été mise en place. Les résistances mécaniques ainsi que le module d'Young commencent à chuter avant une augmentation significative du gonflement. Cette étude nécessite des analyses complémentaires microstructurales (MEB, fracturation fraîche, DRX et  $\mu$ -tomographie) afin de caractériser le développement de la RSI (précipitation d'ettringite, taux de dégradations, etc.).

Finalement, ce mémoire de thèse ne peut pas émettre de conclusion définitive relative à la mise en place du modèle micromécanique appliquée à la RSI. Les résultats proposés ici doivent être complétés et

---

<sup>4</sup> LMGC à Montpellier : Coulage/Cycle hygrothermique/Caractérisation mécanique ;  
Université de Montpellier – Site de Triolet : Préparation au MEB/MEB/ $\mu$ CT ;  
IRSN- SEREX à Cadarache : Coulage/Cycle hygrothermique/Microscope numérique/MEB-EDS ;  
IRSN-LUTECE à Fontenay-Aux-Roses : DRX/MEB-EDS/Fracture fraîche.

enrichis pour quantifier les phénomènes multi-physiques propres à la précipitation de l'ettringite et à la propagation de fissures dans un milieu pré-dégradé.

## Perspectives

Pour poursuivre ces travaux, plusieurs perspectives expérimentales et numériques sont envisagées aussi bien pour l'échelle locale que l'échelle mésoscopique, et plus globalement sur la caractérisation multi-physique du béton « sain » et atteint de la « RSI ».

- **À l'échelle locale**

- La microstructure du béton dépend de sa formulation, et en particulier, de l'interface entre les granulats et la pâte de ciment. Dans ce travail, nous avons abordé les propriétés mécaniques de l'interface. En revanche, il est nécessaire d'approfondir les observations microstructurales de l'interface afin de mieux connaître sa morphologie (épaisseur, porosité et dureté). Des mesures de perméabilité au mercure, de nano-indentation et des analyses MED-EDS doivent être entreprises dans ce sens ;
- Réaliser des essais de flexion trois points in-situ dans un  $\mu$ CT, avec l'application de la CIN volumique, permettrait de prendre en compte la géométrie réelle de l'échantillon, dont la porosité et le pré-endommagement et de post-traiter les déformations du système. Cela permettrait d'affiner l'interprétation expérimentale et d'étudier numériquement l'influence de la présence de défauts dans les éprouvettes, notamment pour les agencements aux faciès de fissuration heurtés ou sensibles aux perturbations ;
- À partir des comparaisons déjà faites entre les mesures expérimentales et les simulations du modèle 2D développé, il serait souhaitable de refaire la démarche d'identification des paramètres cohésifs du modèle numérique en 3D pour s'assurer de la pertinence du modèle 2D.

- **À l'échelle mésoscopique**

- La mise en place d'un essai de flexion quatre points sur poutrelles de béton devrait permettre une meilleure distribution de la charge sur l'échantillon par rapport à la flexion trois points. Ceci serait particulièrement avantageux car la distribution uniforme de la charge est importante pour reproduire des conditions réalistes et réduire les effets de la rigidité des supports. Pour la flexion trois points, les supports extérieurs peuvent exercer une influence significative sur le comportement de flexion, surtout si l'échantillon est de petite portée. En utilisant quatre points d'appui, cela réduirait les effets de la rigidité des supports sur la zone centrale de l'échantillon.
- La validation du modèle 3D avec une distribution granulaire réaliste et un maillage représentatif de la géométrie réelle permettrait de garantir la fiabilité des identifications des paramètres à l'échelle locale et les résultats des simulations numériques à l'échelle mésoscopique.

- **Vieillessement RSI**

- Il serait intéressant de suivre les fissurations volumiques des échantillons RSI au  $\mu$ CT et d'étudier la corrélation des volumes afin de mesurer leurs gonflements, qui a donné des résultats encourageants dans notre étude préliminaire. D'après les résultats du suivi des expansions présentés dans le chapitre VI, on constate qu'il est nécessaire de faire un suivi des gonflements pour une durée de conservation supérieure à 120 jours. De même, pour le suivi de la dégradation volumique au  $\mu$ CT, il est conseillé de le faire sur un même échantillon, ce qui donnerait encore plus de cohérence aux études. L'objectif est d'essayer de coupler la mesure surfacique de l'expansion à la visualisation du gonflement interne par tomographie et d'identifier l'épaisseur de l'auréole de transition à l'interface pâte de ciment/granulat (ITZ). D'autres essais, comme la nano-indentation, sont également envisagés pour caractériser le comportement des composites atteints de la RSI.
- Il conviendrait de compléter les campagnes de caractérisation mécanique par une analyse physico-chimique approfondie des matériaux atteints de RSI à différents niveaux de dégradation et pour les deux échelles. Il serait intéressant de coupler les mesures des expansions aux mesures de la perméabilité des échantillons ainsi qu'aux caractérisations chimiques (MEB-EDS et DRX). Ce couplage physico-chimio-mécanique permettrait de valider les résultats des différentes investigations.
- Du point de vue modélisation, le couplage du modèle mécanique prédictif au modèle prédictif de la RSI développé par Socié [229] pourrait se révéler pertinent pour l'identification des paramètres cohésifs des échantillons pathologiques. Ce modèle permet de prendre en compte l'état de dégradation des échantillons (pré-endommagement, perméabilité) et de prédire avec précision le comportement des échantillons pathologiques. Les différents résultats présentés dans cette thèse ainsi que d'autres envisagés peuvent être utilisés pour enrichir ce modèle numérique prédictif.

# VII. Annexes

## VII.1 Annexe 1 : Fiches techniques des matériaux

### VII.1.1 Ciment

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> C <sub>3</sub> S+C <sub>2</sub> S (%) MgO (%) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) C <sub>3</sub> S (%) C <sub>2</sub> S (%) C <sub>3</sub> A (%) C <sub>4</sub> AF (%)	(K1)	(K)	CaCO <sub>3</sub> (%)	-	Laitier vitreux (%)	-	PF (%)	-	-	-
	-	3.2	Vb (g/100g)	-	(CaO+MgO)/SiO <sub>2</sub>	-	CaO R (%)	-	-	-
	-	76	TOC (%)	-	CaO+MgO+SiO <sub>2</sub> (%)	-	SiO <sub>2</sub> R (%)	-	-	-
	-	2.1	Constituants secondaires							
			Calcaire (LL) (%)	-	Laitier (S) (%)	-	Cendres (V) (%)	-	-	-
			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 (%)	-	-	-
			FDEC (%)	1.0	Cru (%)	-	-	-	-	-

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

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

## VII.1.2 Colle Sikadur



### FICHE TECHNIQUE

## Sikadur®-31+

Produit de collage époxydique bi-composant à faible teneur en COV, pour le collage structural et la réparation des structures en béton.



### DESCRIPTION

Sikadur®-31+ est un produit de collage structural, thixotrope, bi-composant, à base de résine époxydique, à faible teneur en COV et peu sensible à l'humidité, qui colle la plupart des matériaux de construction. Elle présente une résistance mécanique élevée et peut aussi être utilisée pour des réparations structurales des structures en béton et le remplissage de joints et de fissures inertes. Sikadur®-31+ peut être utilisé pour des applications professionnelles traditionnelles et aussi pour les applications de bricolage (DIY).

### DOMAINES D'APPLICATION

- Convient pour la réparation structurale du béton (Principe 3, Méthode 3.1 de la norme EN 1504-9). Réparation du béton éclaté et endommagé dans les bâtiments, ponts, travaux infrastructures et superstructures.
  - Convient pour le renforcement structural (Principe 4, Méthode 4.3 de la norme EN 1504-9). Collage de plaques.
  - Convient pour le renforcement structural (Principe 4, Méthode 4.4 de la norme EN 1504-9). Ajout de mortier ou du béton.
- Le produit peut être utilisé à l'intérieur et à l'extérieur.

#### COLLE STRUCTURALE POUR LE COLLAGE DE:

- Eléments en béton
- Pierre naturelle dure
- Céramique, fibre-ciment
- Mortier, briques, maçonnerie
- Acier, fer, aluminium
- Bois
- Polyester, époxy
- Verre

#### RÉPARATION ET REPROFILAGE POUR:

- Les éléments en béton structuraux (poutres, colonnes, murs, etc..) et non structuraux.
- Petites zones et angles
- Nids de gravier
- Profilés métalliques
- Collage de plaquettes briques

#### REMPLISSAGE ET SCELLEMENT POUR:

- Joints et fissures inertes
- Sclèvement de fissures statiques non structurales
- Trous et cavités

### CARACTÉRISTIQUES / AVANTAGES

- Mélange et application facile
- Très faible émission COV (GEV EMI code EC1<sup>plus</sup>)
- Très bonne adhérence à la plupart des matériaux de construction
- Haute résistance mécanique initiale et finale
- Convient pour la réparation structurale du béton, classe R4
- Bonne adhérence sur béton sec ou humide (mais mat/sec en surface)
- Thixotrope: ne glisse pas lors des applications verticales et sur le plafond
- Pas besoin d'un primaire
- Bonne résistance à l'abrasion et aux produits chimiques
- Composants de couleurs différentes (contrôle du mélange)
- Imperméable pour la plupart des liquides et à la vapeur d'eau
- Durcissement sans retrait
- Application jusqu'à 30 mm d'épaisseur en une seule couche
- Utilisable à des températures comprises entre +10 °C jusqu'à +30 °C

#### FICHE TECHNIQUE

Sikadur®-31+

Septembre 2022, Version 02.01  
020204030010000228

## INFORMATIONS ENVIRONNEMENTALES

- Conforme avec LEED v4 MR credit: Building product disclosure and optimization — Environmental Product Declarations (option 1)
- Conforme avec LEED v4 MR credit: Building product disclosure and optimization — Material ingredients (option 2)
- Conforme avec LEED v4 EQ credit 4.2: Matériaux à faibles émissions COV
- Environmental Product Declaration (EPD) suivant EN 15804. EPD vérifié indépendamment par l'Institut für Bauen und Umwelt e.V. (IBU)
- Emission en COV: classification GEV Emission EC1<sup>plus</sup>

## AGRÈMENTS / NORMES

- Marquage CE et déclaration de performance suivant EN 1504-3:2005 - Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Réparation structurelle et non structurelle
- Marquage CE et déclaration de performance suivant EN 1504-4:2004 - Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Colage structural

## INFORMATION SUR LE PRODUIT

<b>Base chimique</b>	Résine époxy et charges sélectionnées	
<b>Conditionnement</b>	kit prédosé (A+B) 1,2 kg kit prédosé (A+B) 6 kg	
<b>Durée de conservation</b>	24 mois à partir de la date de production	
<b>Conditions de stockage</b>	Le produit doit être stocké dans son emballage d'origine, non ouvert et non endommagé, dans des conditions sèches, à des températures comprises entre +5 °C et +30 °C. Toujours consulter l'emballage.	
<b>Couleur</b>	Composant A	Blanc
	Composant B	Gris foncé
	Mélange A+B	Gris béton
<b>Densité</b>	Resine mélangé: 2,00 ± 0,1 kg/l (valeur à +23 °C)	
<b>Teneur en Composés Organiques Volatils (COV)</b>	Conforme à la classification des émissions de COV GEV-Emission EC1 <sup>plus</sup>	

## INFORMATIONS TECHNIQUES

<b>Résistance à la compression</b>	Classe R4			(EN 1504-3)	
	~75 N/mm <sup>2</sup>			(EN 12190)	
	<b>Temps de durcissement</b>	<b>+10 °C</b>	<b>+23 °C</b>	<b>+30 °C</b>	(EN 196-1)
	1 jour	-	50 N/mm <sup>2</sup>	50 N/mm <sup>2</sup>	
	3 jours	50 N/mm <sup>2</sup>	65 N/mm <sup>2</sup>	70 N/mm <sup>2</sup>	
7 jours	70 N/mm <sup>2</sup>	75 N/mm <sup>2</sup>	78 N/mm <sup>2</sup>		
<b>Résistance à la traction</b>	<b>Temps de durcissement</b>	<b>+10 °C</b>	<b>+23 °C</b>	(EN ISO 527-2)	
	1 jour	-	8,5 N/mm <sup>2</sup>		
	3 jours	6 N/mm <sup>2</sup>	16 N/mm <sup>2</sup>		
	7 jours	16 N/mm <sup>2</sup>	20 N/mm <sup>2</sup>		
<b>Module d'élasticité en traction</b>	9 kN/mm <sup>2</sup> (7 jours à +23 °C)			(EN ISO 527-2)	
<b>Allongement à la rupture</b>	0,3 % (7 jours à +23 °C)			(EN ISO 527-2)	
<b>Résistance au cisaillement</b>	16 N/mm <sup>2</sup>			(EN 12615)	
	50°	35 N/mm <sup>2</sup>		(EN 12188)	
	60°	30 N/mm <sup>2</sup>			
	70°	25 N/mm <sup>2</sup>			

**FICHE TECHNIQUE**  
Sikadur®-81+  
Septembre 2022, Version 02.01  
020204030010000228

BUILDING TRUST



## VII.1.3 Silicone « Mold Max 14NV »

Un silicone « Mold Max 14NV » est utilisé pour la réalisation des moules. La fiche technique est disponible ci-dessous. Le silicone est obtenu en mélangeant un prépolymère et un durcisseur en proportion adéquate : une unité de durcisseur pour dix unités de prépolymère, en masse.



# Mold Max<sup>®</sup> 14NV

Low Viscosity Tin-Cure Silicone Rubber



www.smooth-on.com

### PRODUCT OVERVIEW

**Mold Max<sup>®</sup> 14NV** is a Shore 15A tin-catalyzed silicone rubber that offers low viscosity, fast cure and long library life. **Mold Max<sup>®</sup> 14 NV does not require vacuum degassing.** Mix ratio is 100A:10B by weight. Working time is 40 minutes and cure time is 4 hours at room temperature. **Mold Max<sup>®</sup> 14NV** will reproduce the finest detail and is suitable for a variety of industrial and art related applications including making molds for reproducing prototypes, furniture, sculpture and architectural elements. **Mold Max<sup>®</sup> 14NV** can also be used to create movie special effects. Cure time can be reduced with Accel-T<sup>®</sup> cure accelerator. **Mold Max<sup>®</sup> 14NV** can be used to cast a variety of materials including concrete, wax, gypsum, low melt alloys/metals and urethane, epoxy or polyester resins.

**Important;** you must weigh Part A & B components using a **gram scale** to be successful with Mold Max<sup>®</sup> 14NV.

### TECHNICAL OVERVIEW

Mix Ratio: 100A : 10B by weight	
Mixed Viscosity, cps: 7,500	(ASTM D-2393)
Specific Gravity, g/cc: 1.12	(ASTM D-1475)
Specific Volume, cu. in./lb.: 24.7	
Pot Life: 40 minutes (73° F / 23°C)	(ASTM D-2471)
Cure time: 4 hrs (73° F / 23°C)	
Color: White	
Shore A Hardness: 15	(ASTM D-2240)
Tensile Strength, psi: 490	(ASTM D-412)
100% Modulus, psi: 35	(ASTM D-412)
Elongation @ Break: 600%	(ASTM D-412)
Die B Tear Strength, pli: 87	(ASTM D-624)
Shrinkage, in./in.: 0.002	(ASTM D-2566)
Useful Temp. Range: -65°F to 400°F (-53°C to 205°C)	
Dielectric Strength, volts/mil: >500	
Dielectric Constant, 100 Hz: 3.4	
Dissipation Factor, 100 Hz: 0.02	
Volume Resistivity, ohms-cm: 9 x 10 <sup>14</sup>	
Thermal Conductivity: 0.21	

\* All values measured after 7 days at 73°F/23°C

### PROCESSING RECOMMENDATIONS

#### START BY PREPARING YOUR MODEL...

**Applying a Sealer / Release Agent - Mold Max<sup>®</sup> 14NV** rubber may be inhibited by sulfur base clays resulting in tackiness at the pattern interface or a total lack of cure throughout the mold. If compatibility between the rubber and the surface is a concern, a small-scale test is recommended. Apply a small amount of rubber onto a non-critical area of the pattern. Inhibition has occurred if the rubber is uncured after the recommended cure time has passed. To prevent inhibition, a "barrier coat" of clear acrylic lacquer sprayed directly onto the pattern is usually effective. Allow to thoroughly dry. Although not usually necessary, a release agent will make demolding easier when casting into or over most surfaces. **Ease Release<sup>®</sup> 200** is a proven release agent for making molds with silicone rubber and for releasing new silicone from cured silicone. Mann Ease Release<sup>®</sup> products are available from Smooth-On or your Smooth-On distributor.

**Because no two applications are quite the same, a small test application to determine suitability for your project is recommended if performance of this material is in question.**

#### MEASURING & MIXING...

Materials should be stored at about 73°F / 23°C. These products have a limited shelf life and should be used as soon as possible. Wear safety glasses, long sleeves and rubber gloves to minimize contamination risk. Before you begin, pre-mix Part A (base) thoroughly to re-disperse fillers that may have settled. **Using a gram scale**, dispense required amounts of parts A and B into a mixing container and mix for 3 minutes. Scrape the sides and bottom of the container several times.

#### POURING ...

For best results, pour your mixture in a single spot at the lowest point of the containment field. Let the rubber seek its level up and over the model. **A uniform flow will help minimize entrapped air.** The liquid rubber should level off at least 1/2" (1.3 cm) over the highest point of the model surface.

## **VII.2      Annexe 2 : Machines utilisées**

### **VII.2.1    Enceinte climatique utilisée pour appliquer le cycle de vieillissement accéléré**



## VII.2.1.1 Memmert « CTC 256 »



**memmert**  
Experts in Thermostatics

Spécification du produit

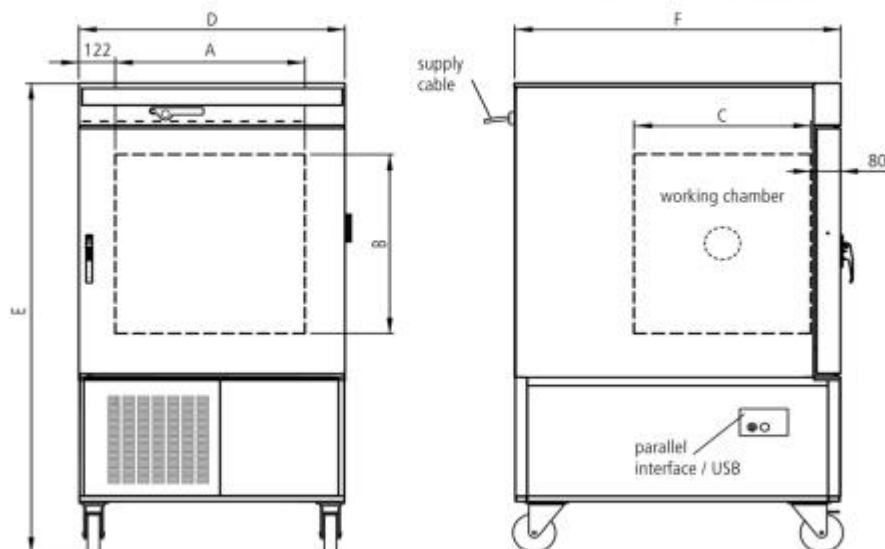
### Enceintes d'essais environnementaux

### CTC256

Les enceintes d'essais environnementaux Memmert recréent l'atmosphère parfaite et raccourcissent les processus de façon durable grâce à une variation de température très rapide.



Sur cette page, nous avons rassemblé pour vous toutes les spécifications techniques de l'enceinte d'essais environnementaux CTC et de l'enceinte d'essais thermiques TTC de Memmert. Pour de plus amples informations, notre service de distribution se tient volontiers à votre disposition. Si vous avez besoin d'une solution spécifique individuelle, veuillez contacter nos spécialistes techniques à l'adresse [myAtmoSAFE@memmert.com](mailto:myAtmoSAFE@memmert.com).



### Données électriques

**Puissance** 400 V, 3 phases, 50/60 Hz / environ 7000 W

### Conditions d'environnement

**Installation** Il convient de toujours respecter un espace libre d'environ 25 cm entre l'enceinte d'essais et les murs/le plafond.

**Température ambiante** 16 °C à 28 °C

**Hygrométrie h.r.** max. 70 %, non condensée

**Altitude d'installation** max. 2000 m au-dessus du niveau moyen de la mer

**Niveau de pollution** 2

### Données sur l'emballage/l'expédition

**Information du transport** Les appareils doivent être transportés en position verticale!

**Tarif douanier commun** 8419 8998

**Pays d'origine** Allemagne

**Numéro d'enregistrement DEEE** DE 66812464

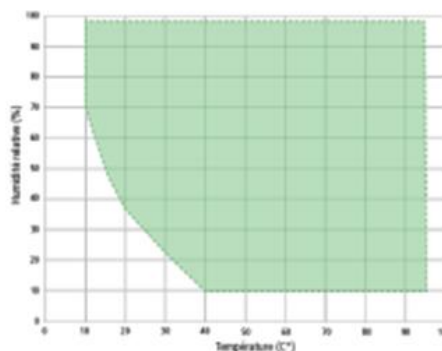
**Dimensions env., carton inclus** Dimensions avec l'emballage (L x P x H): 1020 x 1910 x 1310 mm

**Poids net** approximatif: 337 kg

**Poids brut sous carton** approximatif: 463 kg

### Zone de travail hygrométrique-thermique CTC

Toutes les enceintes climatiques ne se valent pas. Pour faire le bon choix, il faut prendre en compte différents aspects comme le taux d'humidité de l'élément de chargement, les conditions d'environnement ainsi que la zone de travail hygrométrique-thermique correspondante. Le schéma ci-contre indique les combinaisons de température et d'humidité possibles pour notre enceinte à climat constant CTC. Un fonctionnement en continu sans condensation est possible dans les plages respectives de température et d'humidité. L'importance de la condensation pouvant se former au niveau des valeurs seuils des différentes plages dépend du degré d'humidité de l'élément de chargement ainsi que des conditions d'environnement.



Zone de travail dans la combinaison température – humidité CTC

## Une technologie de pointe

### Une nouvelle ère dans le monde de la simulation environnementale

Une nouvelle ère d'essais commence avec la gamme ClimeEvent, la dernière génération d'enceintes climatiques. La gamme ClimeEvent rend les essais encore plus fiables, réduit l'impact sur l'environnement et facilite la maintenance. Le nouveau fluide réfrigérant garantit la longévité de l'équipement et la pérennité de vos essais à venir.

Le flux d'air optimisé assure les meilleures performances de sa catégorie.

Grâce à son interface tactile innovante **WEBSeason®**, vous pouvez programmer, piloter et visualiser l'essai en cours – quand vous voulez et où vous voulez.



Illustration comprenant des options



### Régulation précise

SIMPAC®, le système de mesure et de contrôle numérique pour l'utilisation, la surveillance et la documentation font partie des fonctions standards.

### Entrez dans l'ère de la connectivité avec WEBSeason®

Avec l'interface tactile innovante **WEBSeason®** programmez, contrôlez et surveillez vos essais à tout moment et où que vous soyez. **WEBSeason®** ouvre une nouvelle perspective de flexibilité et d'efficacité.

- Design moderne et dynamique, commande tactile pour une utilisation intuitive.
- Concept multi-utilisateurs, pour une connexion simultanée de plusieurs utilisateurs, les droits des utilisateurs sont attribués individuellement.
- Programmation facile de cycles et boucles d'essais.
- Prévisualisation du programme sous forme graphique.
- Accès à distance depuis une tablette tactile ou d'un smartphone.

# Technologie éprouvée, résultats fiables

CARACTERISTIQUES EN ESSAIS THERMIQUES		
Température maximale	°C	+180
Température minimale <sup>1</sup>	°C	-42
Vitesse de variation en température <sup>2</sup> refroidissement	°C/min	4,0
Vitesse de variation en température <sup>2</sup> chauffe	°C/min	3,2
Stabilité en température <sup>3</sup> dans le temps	°C	±0,1 à ±0,5
Homogénéité de la température <sup>4</sup> , dans l'espace	°C	±0,5 à ±1,0
Gradient de température <sup>5</sup>	°C	≤ 2
Compensation thermique <sup>6</sup> , max.	W	2300
Valeurs d'étalonnage <sup>7</sup>	°C	-25 à +80
CARACTERISTIQUES EN ESSAIS CLIMATIQUES		
Température maximale	°C	+95
Température minimale	°C	+10
Stabilité en température <sup>3</sup> dans le temps	°C	±0,1 à ±0,3
Homogénéité en température <sup>4</sup> dans le temps	°C	±0,5 à ±1,0
Plage de température de rosée <sup>8</sup>	°C	-3 à +94
Plage d'humidité	% h.r	10 à 98
Stabilité en humidité <sup>9</sup> , dans le temps	% h.r	±1 à ±3
Consommation en eau d'humidification <sup>10</sup> , par 24 h	l	2
Compensation thermique <sup>6</sup> , max.	W	400
Valeurs d'étalonnage <sup>7</sup>	°C / HR	+23 °C / 50% HR + 55 °C / 93% HR + 90 °C / 90% HR

<sup>1</sup> L'équipement peut fonctionner à des températures >+5 °C de façon continue, et à des températures <+5 °C en mode discontinu, ou avec un sécheur d'air (option).

<sup>2</sup> Suivant IEC 60068-3-5; en moyen, mesuré au soufflage.

<sup>3</sup> Au centre du volume en phase stabilisée, à vide, sans dissipation et sans aménagement optionnel, suivant la température.

<sup>4</sup> Par rapport à la consigne sur la plage allant de la température minimale jusqu'à +150°C et en mode climatique pour une humidité relative < 20%.

<sup>5</sup> Jusqu'à +150 °C suivant IEC 60068-3-5:2001 ou le cas échéant JJF 1101-2003.

<sup>6</sup> À +20 °C pour les essais en température / Dans la plage +25 °C à +95 °C à une humidité relative jusqu'à 90 % hr pour les essais climatiques.

<sup>7</sup> Les étalonnages en température et en humidité sont exécutés, au milieu du caisson d'essais, avec des équipements de mesures calibrés DAkkS et documentés dans un certificat d'usine. Un étalonnage DAkkS peut être fourni en option, tout comme une caractérisation d'usine ou DAkkS de l'homogénéité.

<sup>8</sup> Fonctionnement discontinu (+4 °C à -3 °C).

<sup>9</sup> Au centre du volume à vide en phase stabilisée, sans équipement additionnel, suivant la valeur climatique.

<sup>10</sup> À 40 °C / 92 % h.r.

Les caractéristiques de performances mentionnées ci-dessus sont basées sur une température ambiante de +25 °C et une eau de refroidissement de +18 °C, une tension d'alimentation de 400 V/50 Hz, sans spécimen, sans équipement additionnel et sans dissipation thermique.

L'équipement est conçu pour une installation dans un endroit sec et aéré, avec un degré de pollution max. 2 suivant la norme EN 50178:1997. La

## VII.2.2 Microscope numérique : KEYENCE VHX 7000

Fiche technique

**KEYENCE**



### VHX-7000

Microscope numérique



① Ce modèle a été arrêté.  
Le respect de la norme de certification est assuré dès l'expédition par notre société.

Contact: +33 1 56 37 78 00

## Spécifications

Modèle	VHX-7000		
Caméra	Élément de capture d'image	[VHX-7020 caméra standard] Capteur d'image CMOS 1/1,8 pouce, 3,19 mégapixels Nombre total de pixels : 2064 (H) × 1554 (V) ; pixels virtuels : 2048 (H) × 1536 (V) [VHX-7100 Tête entièrement intégrée] Capteur d'image CMOS 12,22 mégapixels, 1/1,7 pouce ; nombre total de pixels : 4168 (H) × 3062 (V) ; pixels virtuels : 4024 (H) × 3036 (V)	
	Système de balayage	Progressif	
	Fréquence des images	[VHX-7020 caméra standard] 50 F/S (max.) [VHX-7100 Tête entièrement intégrée] 30 F/S (max.)	
	Résolution :	Rapide	[VHX-7100 Tête entièrement intégrée] 2048 (H) × 1536 (V)
		Standard	[VHX-7020 caméra standard] 2048 (H) × 1536 (V) [VHX-7100 Tête entièrement intégrée] 2880 (H) × 2160 (V)
		Haute résolution	[VHX-7100 Tête entièrement intégrée] 2880 (H) × 2160 (V) (mode 4K désactivé), 4000 (H) × 3000 (V) (mode 4K activé)
		Haute précision	[VHX-7020 caméra standard] 6144 (H) × 4608 (V) <sup>*1</sup> [VHX-7100 Tête entièrement intégrée] 12000 (H) × 9000 (V) <sup>*1</sup>
	HDR (Haute Plage Dynamique)	Plage d'intensité de 16 bits via les données RVB de chaque pixel	
	Gain	Manuel, pré-réglé	
	Obturbateur électronique	[VHX-7020 caméra standard] Auto, manuel, 1/60, 1/120, 1/250, 1/500, 1/1000, 1/2000, 1/5000, 1/9000, 1/19000 [VHX-7100 Tête entièrement intégrée] Auto, manuel, 1/30, 1/60, 1/120, 1/250, 1/500, 1/1000, 1/2000, 1/5000, 1/9000, 1/19 000	
	Surexposition	[VHX-7020 caméra standard] Peut être réglé par incréments de 0,01 s de 0,02 à 16 s [VHX-7100 Tête entièrement intégrée] Peut être réglé par incréments de 0,01 s de 0,03 à 4 s	
	Balance des blancs	Réglage par touche, manuel, pré-réglé (2700 K, 3200 K, 5600 K, 9000 K)	
	Réglage de foyer arrière	Non requis	
Éclairage intégré	Type	LED haute intensité	
	Durée de vie	40000 heures (valeur de référence)	
Moniteur LCD	Taille	LCD couleur (type IPS), 27 pouces <sup>*2</sup>	
	Taille de l'écran	596,736 (H) × 335,664 (V) mm	
	Écart de pixel	0,1554 mm (H) × 0,1554 mm (V)	
	Nombre de points	3840 (H) × 2160 (V)	
	Couleurs de l'affichage	Environ 1,07 milliard de couleurs <sup>*3</sup>	

	Luminosité	350 cd/m <sup>2</sup> (centre 1 point, typique)	
	Taux de contraste	1300:1 (typique)	
	Champ de visualisation	±89° (typique, horizontal), ±89° (typique, vertical)	
Disque dur	Capacité de stockage	1 To (y compris 350 Go d'espace système réservé) Environ entre 2,16 millions d'images (lorsque les images de 3 mégapixels sont compressées) et 71,1 mille images (lorsque les images de 3 mégapixels ne sont pas compressées)	
	Format d'image	JPEG (avec compression), TIFF (sans compression)	
	Taille de l'image observable	50000 (H) × 50000 (V) pixels (avec assemblage)	
Sortie vidéo	Méthode d'émission	Port d'affichage : 3840 × 2160 pixels	
	Fréquence de balayage	Moniteur LCD spécial	132 kHz (H), 60 Hz (V)
		Moniteur externe	
Entrée	Entrée souris	Souris USB prise en charge	
	Entrée clavier	Clavier USB pris en charge	
	Entrée de commande externe à distance	Entrée sans tension pause/enregistrement (avec et sans contact)	
Interface	Réseau local (LAN)	RJ-45 (10BASE-T/100BASE-TX/1000BASE-T)	
	USB 2.0 Série A	6 ports	
	USB 3.0 Série A	2 ports	
Dimensions		625 (l) × 460 (H) × 180 (P) mm (lorsque stocké) (hors saillies)	
Alimentation électrique	Tension d'alimentation	100 à 240 Vc.a. ±10%, 50/60 Hz	
	Consommation électrique	430 VA	
Résistance à l'environnement	Température ambiante	+5 à 40°C <sup>4</sup>	
	Humidité relative	35 à 80% RH (pas de condensation) <sup>5</sup>	
Poids	Contrôleur	Environ 12,0 kg	
	Caméra	Environ 0,6 kg (VHX-7020), environ 5,0 kg (VHX-7100)	
	Console	Environ 0,45 kg	

\*1 Lors de l'utilisation de la fonction haute résolution au moyen du décalage de la platine motorisée.

\*2 Le moniteur LCD fourni avec ce système a été fabriqué à l'aide d'une technologie extrêmement avancée. Dans de très rares cas, un pixel éteint (point noir) ou un pixel allumé (point lumineux) peut être présent à l'écran. Toutefois, cela n'indique pas une défaillance.

\*3 Affichage 8 bits + 2 FRC

\*4 De 5°C à 35°C pour l'observation manuelle avec une caméra standard

\*5 Si la température ambiante de fonctionnement dépasse 40°C, utilisez le produit dans des conditions où l'humidité relative ne dépasse pas 70%.

## VII.3 Influence de la composition du béton sur la microstructure de l'interface

### VII.3.1 Influence du rapport E/C

Plusieurs chercheurs ont étudié l'effet du rapport E/C sur la microstructure de l'interphase. Scrivener et al. [217] ont considéré que le rapport E/C a un effet minime sur la microstructure de l'ITZ. En revanche, Tognevi [244], Elsharief et al. [70] et Zimbelman [272] ont montré que la diminution du rapport E/C conduit à un rétrécissement de l'épaisseur de l'ITZ. Elsharief et al. [70] ont démontré que la diminution du rapport E/C de 0,55 à 0,40 conduit à une diminution de la porosité de la zone adjacente aux granulats ce qui induit une réduction de l'épaisseur de l'ITZ d'au moins 75 % (voir Figure VII.1).

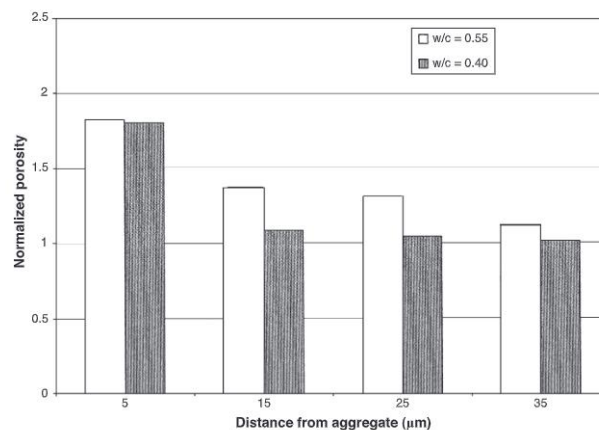


Figure VII.1 Évolution de la porosité dans la zone d'interphase d'un béton par rapport à la distance de granulat [70].

Zimbelman [272] a montré que l'augmentation du rapport E/C augmente la porosité de la couche intermédiaire et de la surface transition, mais sans aucun changement de l'épaisseur et de la surface de la couche de contact.

### VII.3.2 Influence des granulats

La porosité, la rugosité et la géométrie des granulats influent sur la quantité d'eau pouvant être adsorbée par les granulats et, par voie de conséquence, sur l'hydratation de ciment au voisinage de ce dernier ; ce qui in fine affecte la formation de l'ITZ et conditionne sa microstructure. En revanche, plusieurs auteurs [132] ont montré que l'ITZ est fortement dépendante de la nature minéralogique des granulats (réactifs ou neutres ...). Certaines inclusions, de nature réactive telles que les calcaires, favorisent les échanges chimiques avec la pâte de ciment qui peuvent augmenter les forces de cohésion et d'adhésion entre la surface des granulats et la pâte de ciment. Au contraire les granulats de nature neutre, comme la silice (quartz) qui est plus dense mais ne favorise pas l'échange

chimique, d'où il ne réagit pas avec la pâte de ciment. Ces granulats ont une interface moins dense et, par suite, moins résistante [59][132] (voir Figure VII.3).

En outre, l'augmentation de la rugosité au niveau de la surface des granulats améliore l'adhérence de la pâte de ciment aux granulats. Les granulats lisses, comme les granulats alluvionnaires, auront tendance à présenter des décohésions importantes, même avant l'application de la moindre contrainte. Cette hypothèse a été étudiée dans les travaux de Tasong et al. [235] qui ont montré que l'interphase d'un granulat arrondi (rugosité presque nulle) est toujours moins résistante que celle du granulat concassé quel que soit le type de granulat (voir Figure VII.2). La rugosité de la surface de contact favorise l'ancrage avec la pâte en réduisant l'effet de paroi.

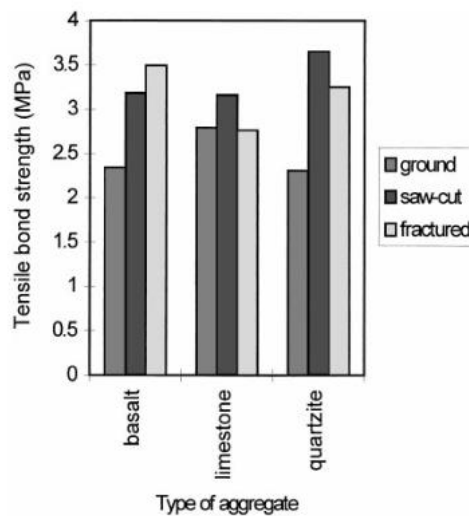


Figure VII.2 Influence de la rugosité des granulats sur la résistance en traction de l'interface [235].

Il est à noter que, la taille des granulats et leur fraction volumique n'a pas d'effet sur la microstructure et l'épaisseur de l'ITZ [137]. En revanche l'augmentation de ces paramètres signifie une augmentation du nombre de granulats dans le matériau, et l'optimisation de la compacité, ce qui signifie que les particules auront tendance à se rapprocher les unes des autres dans le béton, voire à se toucher. Les ITZs peuvent se superposer et créer un phénomène de percolation. Un réseau poreux fermé devient connecté et peut conduire à une augmentation de la diffusion et de la perméabilité du matériau, affectant ainsi sa durabilité.



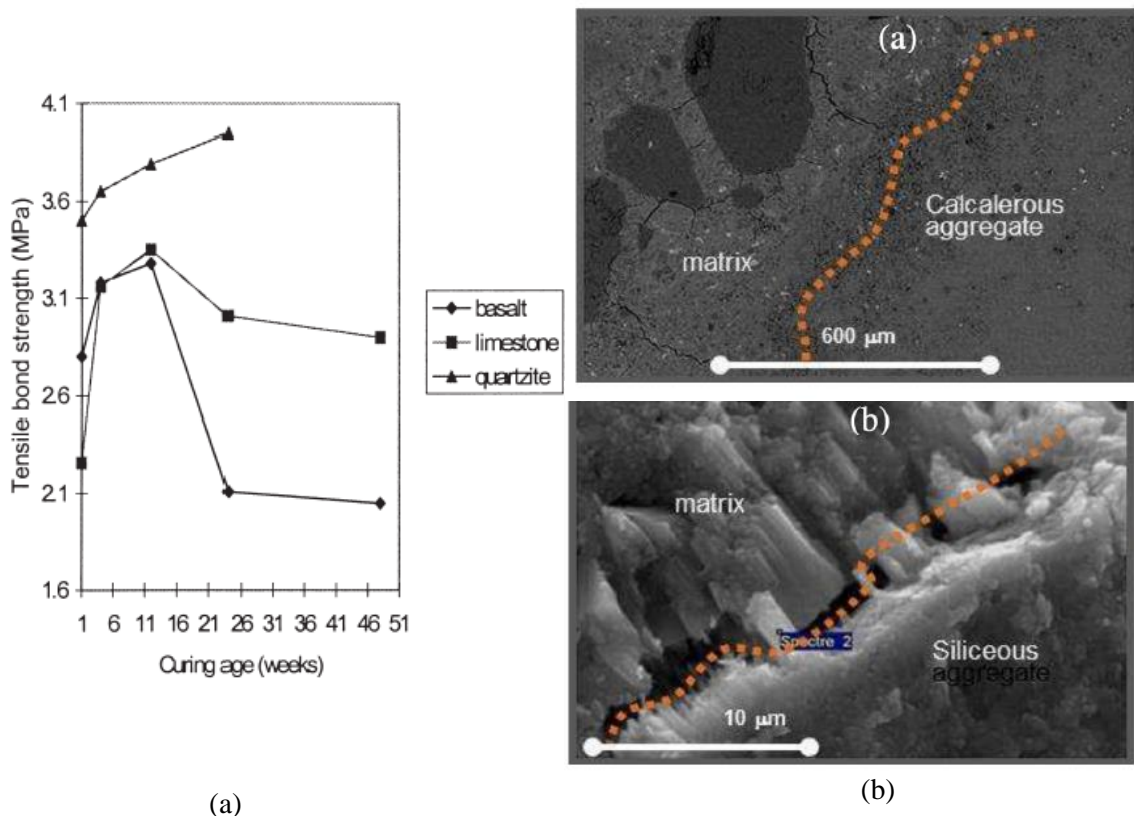


Figure VII.3 (a) Modification de la résistance à la traction de la liaison pâte de ciment/granulat pour différent nature des granulats en fonction de temps de durcissement (cité dans [155]); (b) Influence de la nature des granulats sur l'adhérence entre les agrégats et la matrice : bonne adhérence pour les granulats de calcaire (en haut) et une faible adhérence pour les granulats siliceux [137].

### VII.3.3 Influences des ajouts minéraux

Les ajouts minéraux tels que les cendres volantes, le laitier de haut-fourneau, la fumée de silice et la métakaolin ont un effet sur l'ITZ dans le béton. Ces ajouts minéraux peuvent réduire la porosité de l'ITZ en formant des produits d'hydratation supplémentaires avec la pâte de ciment. Cela peut modifier la taille et la forme des pores dans l'ITZ, ce qui peut augmenter la zone de contact entre les granulats et la pâte de ciment et améliorer sa durabilité.

Les travaux d'Aitcin [3] ont relevé l'influence de l'ajout de fumée de silice sur la microstructure de l'ITZ. Il a constaté une réduction de l'épaisseur et de la porosité de l'ITZ dans les Bétons à Hautes Performances (BHP) riches en fumée de silice. L'ajout de la fumée de silice favorise une réaction chimique avec la portlandite (CH) pour former des C-S-H, différents de ceux formés pendant l'hydratation de  $C_2S$  et  $C_3S$ . Cependant, il a signalé l'absence d'ITZ dans les BHP, comme le montre la Figure VII.4.

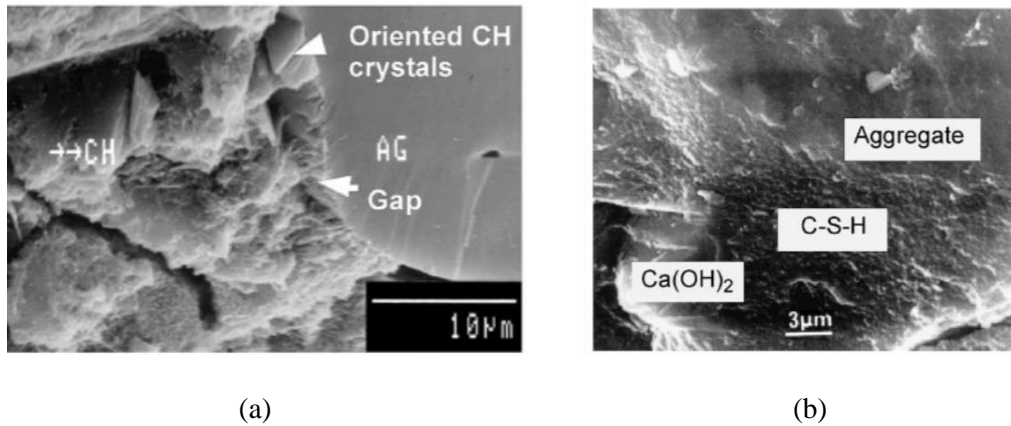


Figure VII.4 (a) Microstructure d'un béton à rapport E/C élevé : cristaux orientés de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  sur le granulat (AG) ; (b) Microstructure d'un BHP : faible porosité et homogénéité de la matrice et absence de zone de transition entre le granulat et la pâte de ciment [3].

De même, Scrivener et al. [215] avec la technique d'analyses des images d'électrons rétrodiffusés ont montré que l'ajout de fumée de silice densifiait le l'ITZ (Figure VII.5) même, seulement après un jour, la porosité dans cette région est très réduite de 70%.

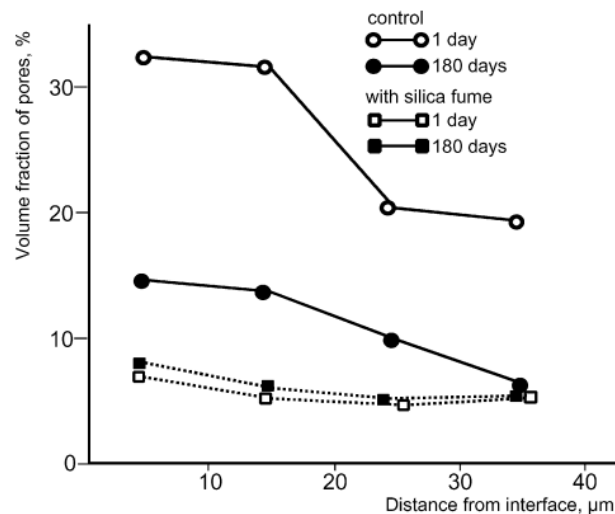


Figure VII.5 Distribution de la porosité dans l'ITZ des bétons avec et sans fumée de silice [215].

Ces résultats sont confirmés par une étude mixte qui combine expérimental et numérique menée par Nežerka et al. [179] qui ont montré que les adjuvants minéraux remplissent les vides excessifs dans l'ITZ et réagissent avec la portlandite pour former des produits plus compacts. L'approche consistait à caractériser les composant de ciment et faire une modélisation micromécanique ; qui a permis d'évaluer l'effet de la fumée de silice, des cendres volantes et de l'argile sur l'épaisseur et la résistance de l'ITZ. Le modèle proposé est basé sur le schéma de Mori-Tanaka couplé à une estimation de la contrainte

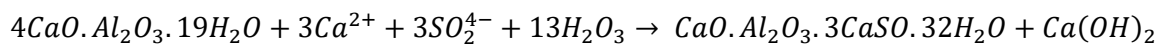
déviatorique à l'intérieur de l'ITZ. Cette étude suggère que la fumée de silice est plus efficace pour réduire l'épaisseur de l'ITZ que les cendres volantes tandis que l'ajout de cendres volantes contribue de manière plus significative à la résistance de l'ITZ. Le remplacement modéré du ciment Portland par de la fumée de silice ou des cendres volantes, jusqu'à 20%, peut influencer positivement les performances du béton. Le métakaolin n'était pas aussi efficace ; seulement de petits remplacements de ciment Portland, jusqu'à 10%, semblent raisonnables.

Cette zone de microstructure hétérogène a une composition différente de la pâte de ciment et des granulats, ce qui peut influencer le comportement du béton de plusieurs façons. Sa porosité élevée entraîne un comportement (mécanique, diffusif) différent et une résistance mécanique plus faible localement par rapport au cœur de la matrice cimentaire. Par conséquent, l'existence de l'ITZ influe sur le comportement macroscopique d'un béton.

## VII.4 L'ettringite : structure et types

### VII.4.1 Structure

L'ettringite, est un cristal minéral blanc que l'on peut trouver dans la pâte de ciment comme produit d'hydratation. La réaction de sulfates avec des aluminates de calcium et l'eau donne l'ettringite par la réaction chimique suivante [238]:



Cet hydrate se cristallise dans le béton sous forme hexagonale (voir Figure VII.6(a)) et ces cristaux sont en forme d'aiguille (voir Figure VII.6(b)).

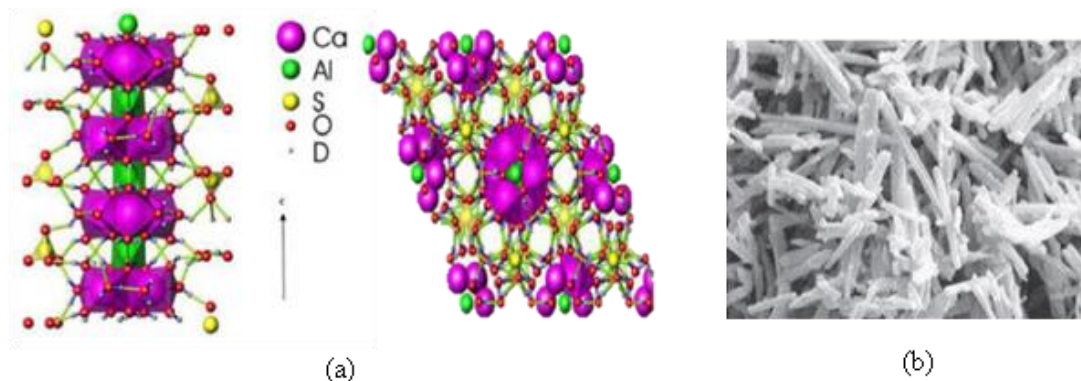


Figure VII.6 (a) Structure cristalline de l'ettringite formée de colonne de calcium (Ca) et d'aluminium (Al) liée par des liaisons d'hydroxydes [104]; (b) Aiguilles d'ettringite vues par microscope électronique à balayage [221].

On peut distinguer trois types d'ettringite dans le béton : l'ettringite primaire, l'ettringite secondaire et l'ettringite différée (appelée DEF). Ces trois types ne se distinguent ni par leur structure, ni par leur minéralogie mais par leurs temps de formation durant la vie du béton et sur les mécanismes de formation. De plus, ils ne sont pas tous à l'origine d'un phénomène d'expansion.

## **VII.4.2 Types d'ettringite**

### **VII.4.2.1 Ettringite primaire**

L'ettringite primaire (précoce) est un produit de la réaction d'hydratation qui se produit lors de l'hydratation entre le gypse (régulateur de prise) et les aluminates tricalciques ( $C_3A$ ). Sa formation aura lieu aux premières heures de la réaction d'hydratation de ciment où le béton est encore frais, ce qui ne présente aucun risque d'expansion. Il précipite dans la solution interstitielle sous forme d'aiguilles. En revanche, ce type d'ettringite participe à la mise en place et au durcissement du béton et contribue à la cohésion de la pâte de ciment au jeune âge.

### **VII.4.2.2 Ettringite secondaire**

Il correspond à une ettringite qui précipite tardivement dans le béton, du fait de la circulation d'eau dans le béton accompagné d'un apport extérieur ou d'un excès interne de sulfates. Il est formé par cristallisation dans des espaces libres du béton (pores, fissures, interfaces pâte/granulats). Cette cristallisation n'a pas généralement un caractère expansif. Cependant la formation consécutive de cet ettringite secondaire à la suite d'un phénomène externe ou l'apport interne de sulfates peut causer des dommages importants et générer des gonflements internes dues aux pressions de cristallisation importantes. Cette ettringite à critère pathologique se cristallise sous forme massive et compressée.

### **VII.4.2.3 Ettringite différée (Delayed Ettringite Formation DEF)**

Cette ettringite est différente des ettringites primaire et secondaire, essentiellement par le mécanisme de sa formation. Elle résulte d'un ensemble de conditions concomitantes et de processus complexes, à la suite d'une élévation de la température au cours de la vie du béton, en particulier dans les structures massives tels que les barrages, les ponts et les centrales nucléaires.

En effet, en cas de production importante de chaleur lors de l'hydratation du ciment ou lors d'une cure thermique des pièces préfabriquées, l'ettringite primaire est instable. Elle est soit « empêchée » de se former, soit se dissout dans l'eau interstitielle et dans la porosité inter-feuillets du C-S-H, en devenant une source interne d'ions sulfates. Après refroidissement du béton dans un environnement humide, des cristaux d'ettringite peuvent se former dans les pores du béton, susceptibles de provoquer des expansions et, par la suite, des pressions de gonflement local conduisant à des microfissurations et endommagements.

## **VII.4.3 Théories d'expansion**

Il existe de nombreux mécanismes par lesquels l'ettringite différée peut provoquer une expansion dans le béton. Ces mécanismes dépendent principalement de la structure de l'ettringite et sa composition ainsi que de la composition de ciment. Selon Brunetaud [41], ces mécanismes sont en réalité couplés dans un mécanisme global.

### VII.4.3.1 Théorie d'ettringite colloïdale

Mehta [159] propose que la théorie de l'expansion soit due à l'adsorption d'eau par l'ettringite colloïdale. Cette théorie découle directement de la structure de l'ettringite : l'ettringite est supposée se former suivant un mécanisme trans-solution. L'auteur suppose que l'ettringite sous forme colloïdale, hydrophile et expansive, se forme en présence de chaux. Cette ettringite colloïdale présente une surface spécifique importante et négativement chargée qui pourrait rapidement gonfler en absorbant des molécules d'eau. L'accumulation de ces derniers et leurs arrangements autour de l'ettringite vont engendrer des forces répulsives avec d'autres alcalins ou l'ettringite lui-même en conduisant à l'apparition de pressions importantes et, par suite, génèrent des gonflements. Cette théorie semble cohérente pour Odler et al. [187] qui a observé des expansions plus importantes sur des échantillons de pâte (à base d'aluminium, gypse et silicate tricalcique) conservés dans l'eau par rapport aux autres conservés en atmosphère humide (voir Figure VII.7).

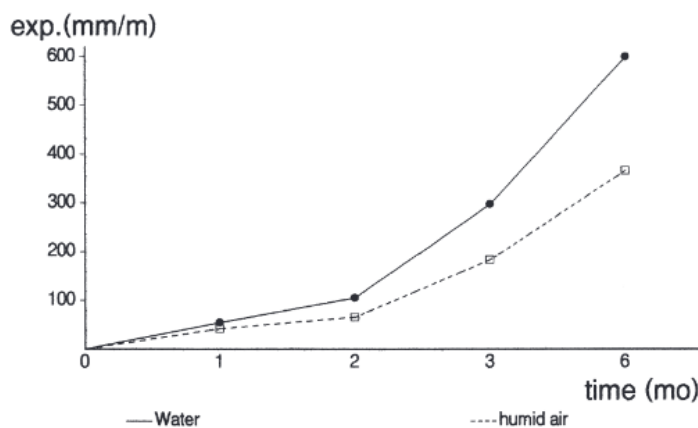


Figure VII.7 Expansion de pâte de ciment à base de  $C_3A$  [187].

### VII.4.3.2 Phénomène de la double couche électrique

La double couche électrique peut jouer un rôle dans le phénomène d'expansion. Cette théorie, proposée par Li et al. [150] repose sur la nature colloïdale de l'ettringite. L'ettringite colloïdale, chargée négativement, a un pouvoir d'attirer des ions présents dans la solution interstitielle tels que des alcalins ( $Na^+$ ,  $K^+$ ) afin de diminuer leur énergie de surface. Ces alcalins diffusent ensuite vers l'extérieur à la suite de la lixiviation du matériau, ce qui réduit considérablement la concentration d'alcalins à l'intérieur de l'ettringite colloïdale. Cette diminution favorise les forces de répulsion électrostatique qui sont plus fortes que les forces de Van Der Waals, ce qui augmente la distance entre les particules d'ettringite et conduit finalement à des expansions. Soulignons que ce phénomène a un effet expansif relativement limité.

### VII.4.3.3 Gonflement homogène de la pâte

Cette théorie proposée par Taylor [236] se base sur le principe qu'une quantité importante de monosulfoaluminate de calcium hydraté se soit accumulée dans le C-S-H après la phase de chauffage

du béton. En effet, ces derniers ont une grande surface spécifique et interagissent fortement avec les ions de la solution interstitielle. Selon Barbarulo [17], des ions aluminates seraient également absorbés par les C-S-H, et à la fin du processus de chauffage, des feuillettes de C-S-H seraient enrichies en  $\text{SO}_3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Lorsque la pâte de ciment atteint la température ambiante et qu'elle est suffisamment alimentée en eau, les ions sulfates sont libérés, ce qui entraîne la précipitation de l'ettringite. Cela provoque une expansion homogène de la pâte, et conduit à des fissures dans la pâte et aux interfaces pâte-granulat en raison de la distribution homogène des C-S-H dans la pâte de ciment.

Taylor [238] déclare que ces expansions peuvent être expliquées par le gonflement homogène de l'ettringite. Cette théorie repose sur l'idée que lorsque l'ettringite microcristalline se forme dans la pâte de ciment, elle provoque une expansion uniforme. L'ettringite se déposerait dans cette microfissuration sans provoquer de contraintes supplémentaires. Cette théorie a été très critiquée, notamment par Diamond [61], qui déplore le manque de prise en compte de l'effet des granulats et de leur minéralogie dans le mécanisme de gonflement.

#### **VII.4.3.4 Gonflement au niveau de l'interface pâte-granulat**

Diamond [61] indique clairement qu'il pense qu'il existe une corrélation directe entre le type de granulats, la présence de bandes d'ettringite aux interfaces et la formation d'expansions considérables. La deuxième idée avancée pour expliquer le gonflement de RSI est donc la formation d'ettringite aux interfaces pâte/granulat qui semble responsable des expansions via l'augmentation des pressions de cristallisation. Plus généralement, cette théorie suppose que l'ettringite se cristallise dans les gros pores et fissures du béton et que les contraintes créées par la croissance de ces cristaux entraînent le gonflement. Cette notion est soutenue par plusieurs études réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage qui montrent des couches de ce que l'on appelle l'ettringite palissadique entourant les granulats [13][144][220][265]. Cependant, Lawrence [140] considère que les mécanismes de gonflement qui n'impliquent pas le rôle de l'interface pâte-granulat sont insuffisants en raison de l'influence de la nature des granulats sur le développement de l'expansion. Selon lui, la microfissuration présente dans ces zones peut servir à la fois de lieu de formation préférentielle de l'ettringite et de canal pour le transfert d'ions.

Pourtant, selon certains auteurs [18], le gonflement uniforme de la pâte est la seule raison pour laquelle l'ettringite est observée aux interfaces pâte-granulat. Brunetaud [41] et Odler et al. [187] soulignent également qu'une pâte de ciment peut gonfler, ce qui démontre que les granulats ne sont pas nécessaires à la formation des expansions. La dynamique d'expansion est cependant significativement retardée. Selon Scherer [213], la cristallisation de l'ettringite à l'interface pâte-granulat n'entraîne pas le développement de pressions de cristallisation suffisamment importantes, car l'ettringite précipite sous forme d'aiguilles parallèles à l'interface pâte-granulat.

### VII.4.3.5 Théorie du mécanisme global de Brunetaud

Selon certains auteurs [41], les mécanismes de gonflement décrits ci-dessus ne s'excluent pas toujours mutuellement. Dans cette optique, Brunetaud [41] propose une explication théorique du mécanisme global de dégradation de la RSI. Il combine les deux principaux mécanismes discutés précédemment (expansion uniforme de la pâte et pression de cristallisation aux interfaces pâte-granulat) d'une nouvelle manière. La progression des phénomènes menant à la dégradation du béton est divisée en quatre phases distinctes, comme en témoigne la Figure VII.8.

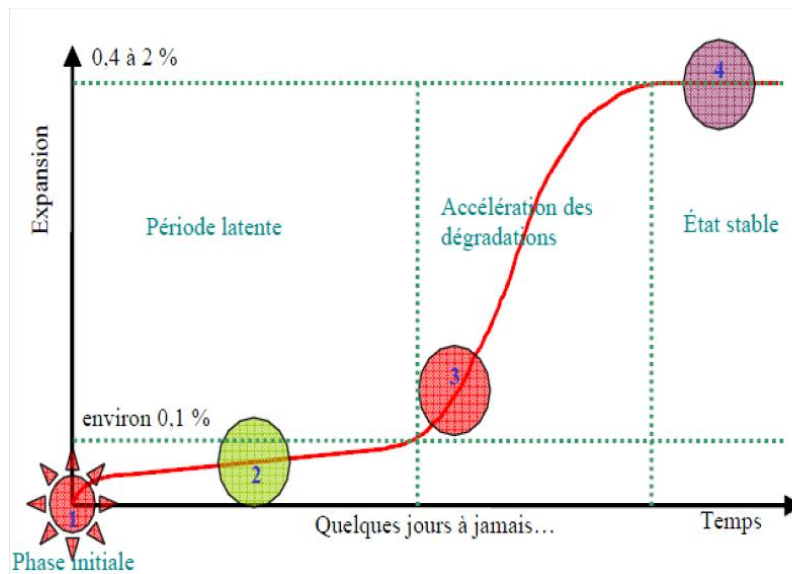


Figure VII.8 Mécanisme d'expansion proposé par Brunetaud [41].

- **Phase initiale**

Cette première phase correspond à la phase de stabilisation de l'ettringite primaire et sa dissolution qui augmente avec la température et la concentration alcaline. Par conséquent, la libération d'ions sulfates et aluminates dans la solution interstitielle du béton. Une grande partie des ions libérés est adsorbée au niveau des C-S-H ; leur concentration est donc affectée par la température, la durée de conservation et la teneur en alcalins. A la fin de l'échauffement, une lixiviation des alcalins aura lieu vers la solution interstitielle. Si cette solution interstitielle reste sursaturée en ions sulfates et aluminates à la fin de cette phase, elle peut conduire à la cristallisation de l'ettringite différée.

- **Période latente**

La phase latente commence dès que le matériau retourne à la température ambiante. Durant cette phase, une précipitation de l'ettringite est observée dans le squelette poreux de béton sans contrainte mécanique. Pendant cette phase, aucun gonflement n'est mesuré ainsi qu'aucune variation du module d'élasticité et de la densité du matériau est observée. Néanmoins, lorsque les espaces disponibles à la cristallisation sont remplis et saturés, des générations de pression auront lieu et un léger gonflement lent

pourra être remarqué et principalement attribué aux mécanismes de gonflement homogène de la pâte de ciment. L'expansion homogène de la pâte entraînera la formation de vides autour des inclusions, qui ne gonfleront pas comme des agrégats. Par conséquent, selon le mécanisme de Brunetaud, des décohésions des interfaces pâte-granulat marqueront la fin de la période latente. De plus, cette fissuration fera diminuer pour la première fois le module dynamique.

- **Phase d'accélération des dégradations**

Cette phase peut ne jamais être atteinte dans certaines situations, en particulier en cas de pénurie d'eau. Sinon, cette phase est décrite par une accélération marquée des mécanismes d'expansion lorsque les premières fissures dans les ITZ ont modifié la répartition des contraintes. Brunetaud [41] interprète cette accélération comme une percolation potentielle des fissures accélérant l'approvisionnement en eau d'une part et la possibilité d'un potentiel de formation suffisamment important d'ettringite dans les vides créés. Ce phénomène est connu sous le nom de mûrissement Ostwald. En outre, parce que le matériau est déjà quelque peu détérioré, le développement du gonflement ne prend pas autant de temps qu'il le ferait pour le matériau initialement intact. L'auteur conclut que l'ettringite formée aux interfaces pâte-granulat est la source d'une dégradation accélérée et par conséquent des dommages néfastes au béton.

- **Stabilisation**

La phase finale, appelée phase de stabilisation, commence par le ralentissement du gonflement. Cette phase se produit lorsque le matériau parvient finalement à résister au gonflement ou lorsque les C-S-H ont épuisé leur réserve d'ions sulfatés.

A côté de cette théorie, d'autres théories de mécanisme d'expansion couplé ont été abordées dans la littérature [161][200]. Généralement, ces théories sont une superposition de deux ou plusieurs des mécanismes d'expansion détaillé au-dessus.

#### **VII.4.3.6 Conclusion**

Les principaux processus de gonflement supposés dans la littérature pour expliquer la RSI sont décrits ci-dessus. Les deux principales hypothèses proposées sont la théorie du gonflement homogène de la pâte et la théorie du gonflement de l'interface pâte-granulat. Mais, dans chaque situation, des contre-arguments peuvent être exprimés. Dans toutes les circonstances, le phénomène de pression de cristallisation est retenu. Selon certains experts, un mécanisme n'exclut pas nécessairement l'autre, et la possibilité d'une action coordonnée des deux mécanismes semble envisageable. Il est probable que les gonflements commencent aux interfaces pâte-granulat, causant suffisamment de dommages pour accélérer les gonflements. Cependant, l'expansion provoquée par l'ettringite lors de sa précipitation reste encore un point de conflit.



## VII.5 Paramètres influençant la RSI : Formulation du béton

### VII.5.1 Composition du ciment

Le ciment joue un rôle essentiel dans le déclenchement et le développement de la RSI. La composition chimique du ciment (teneur en sulfates, aluminates et alcalins), sa finesse et la teneur en adjuvants minéraux sont les facteurs les plus importants.

- **Teneur initiale en sulfates et aluminates**

Les ions sulfates du gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ) et les ions aluminates de l'aluminate tricalcique ( $\text{C}_3\text{A}$ ) agissent comme des réactifs du ciment, permettant la synthèse des sulfoaluminates tels que l'ettringite (AFt). Par conséquent, la formation de l'ettringite différée n'est possible que si le ciment utilisé dans la formulation du béton contient suffisamment d'aluminates et de sulfates, à moins que ces composants ne soient apportés dans le mélange par le biais de granulats ou d'autres moyens. De nombreuses études n'ont pas montré de lien entre les teneurs en sulfates et aluminates, d'une part, et l'expansion d'autre part. Une quantité significative et équilibrée de sulfates et d'aluminates doit être présente pour que l'ettringite soit abondante. Par conséquent, la communauté scientifique recommande d'étudier la relation entre le rapport des teneurs en sulfates et en aluminates ( $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) avec l'expansion de l'échantillon [58][108].

Les résultats de Kelham [138], illustrés dans la Figure VII.9, ont montré que les expansions des mortiers ayant subi une cure thermique à  $90^\circ\text{C}$  augmentent avec la teneur en  $\text{SO}_3$  du ciment, avec une expansion maximale pour une teneur proche de 4 %, puis diminuent au fur et à mesure que la teneur augmente. Cette étude a mis en évidence l'influence des alcalins actifs sur l'expansion et l'effet pessimum vis-à-vis de la teneur en sulfates. Cependant, les travaux de Tosun [246] démontrent qu'une quantité élevée de  $\text{SO}_3$  dans des barres de mortier ( $25 \times 25 \times 285 \text{ mm}^3$ ) subissant une cure thermique de  $85^\circ\text{C}$  pendant quatre heures est insuffisante pour induire des expansions importantes (inférieure à 0,4%). De même, Martin [158] a montré que des éprouvettes préparées avec du ciment contenant moins de 3% de  $\text{SO}_3$  présentent un gonflement relativement considérable de l'ordre de 0,3 % (voir Figure VII.10). Les échantillons étudiés ont subi la même cure thermique au jeune âge, mais ont été conditionnés différemment afin d'évaluer l'influence des conditions de conservation sur la cinétique d'expansion.

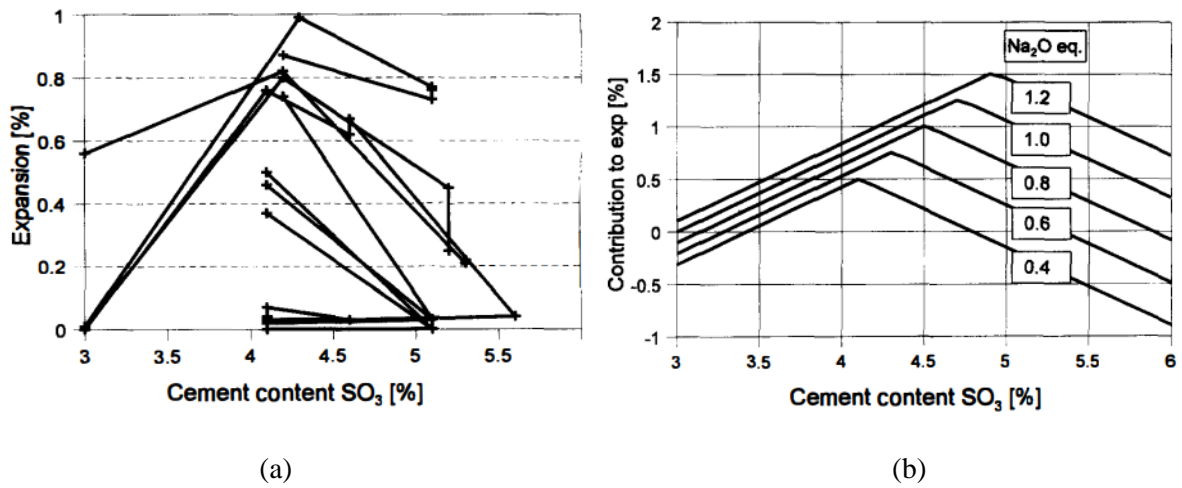


Figure VII.9 (a) Effet de la teneur du ciment en SO<sub>3</sub> sur l'expansion après une cure thermique à 90 °C ; (b) Estimation de l'effet de la teneur en alcalins équivalents sur l'expansion en fonction de la teneur en SO<sub>3</sub> [138].

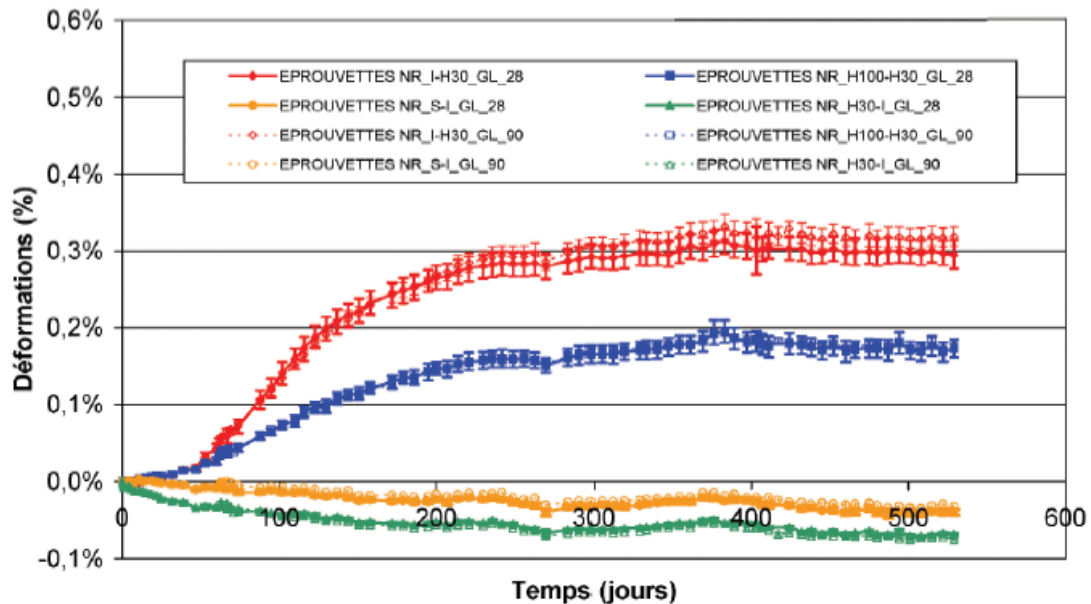


Figure VII.10 Suivi dimensionnel des éprouvettes de ciment Non Réactives avec un taux de SO<sub>3</sub> de 2,63% (NR) qui sont soit immergées (I) soit conservées à 100% et 30% d'humidité relative (respectivement H100 et H30) et scellées (S) [158].

Leklou [144] a montré que la teneur en C<sub>3</sub>A n'est pas un facteur limitant et que la RSI peut se déclencher et se développer dans des ciments à faible concentration en C<sub>3</sub>A à condition d'avoir un taux de sulfate plus grand que 3% et dans des conditions de conservations spécifiques (conservés dans l'eau à 20°C).

D'autres chercheurs ont tenté d'établir un lien entre la teneur en sulfates et aluminates et l'expansion mesurée. Day [58] a montré que par certains traitements thermiques et certaines conditions hydriques, l'utilisation de ciments dont le rapport SO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> est supérieure à 0,7 peut entraîner des expansions et, donc la dégradation du béton.

Dans leur étude, Zhang et al. [267] ont montré qu'un gonflement est observé uniquement (ordre de grandeur) pour un rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  compris entre 0,8 et 1,4. Ainsi, un effet pessimum est mis en évidence pour ce rapport et se situe aux alentours de 1,1 (Voir Figure VII.11).

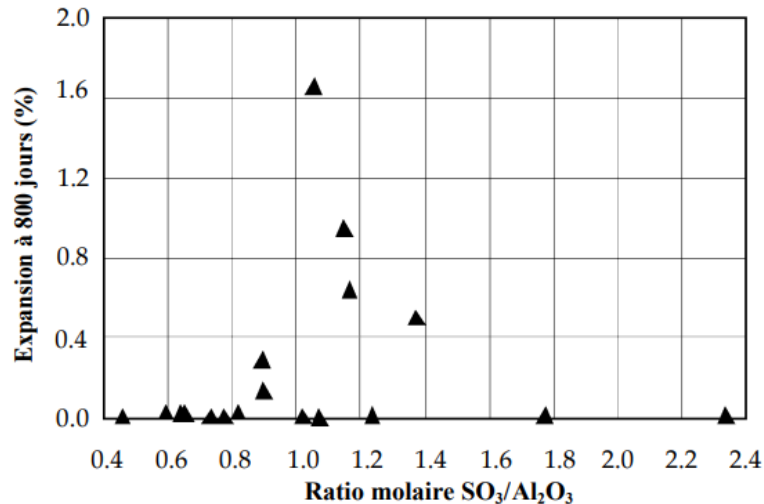


Figure VII.11 Effet du rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  sur l'expansion finale de mortier [267].

Selon Adenot [2], ce rapport affecte la précipitation de l'ettringite. Pour que l'ettringite précipite, le rapport Al/S doit être plus proche de 2/3 (1 mole d'AFt consomme 2 moles d'aluminium et 3 moles de sulfates) ; s'il est plus proche de 2, les AFm précipitent (1 mole d'AFm consomme 2 moles d'aluminium et 1 mole de sulfates), et l'ettringite est instable (l'AFt ne se forme pas). Selon Heinz et al. [110], si l'on considère la quantité d'alumine présente uniquement dans l'aluminate tricalcique, les ciments dont le rapport  $(\text{SO}_3)_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  est inférieur à 2 ne sont pas susceptibles de former de l'ettringite différée.

Il semble y avoir une corrélation entre le rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  et la production de la DEF, mais l'utilisation de cette corrélation pour prédire le gonflement ne semble pas être une méthode fiable en raison du couplage de plusieurs paramètres qui sont évoqués dans cette section.

- **Teneur initiale en alcalins**

Les agents alcalins, en particulier  $\text{Na}^+$  et  $\text{K}^+$ , jouent un rôle important dans l'expansion provoquée par la DEF [152]. Leurs teneurs modifient significativement le pH de la solution interstitielle, ce qui affecte la stabilité de l'ettringite [115]. L'augmentation de la température amplifie cet effet. Le ciment en est la principale source, mais ils peuvent également provenir d'adjuvants, d'additifs et même de certains granulats réactifs. En fait, la concentration en alcalins modifie l'équilibre thermodynamique de l'ettringite parce que l'ettringite est plus soluble à des concentrations élevées de NaOH. En raison de la solubilisation de l'ettringite primaire au premier stade d'hydratation et sous l'effet de la température, l'utilisation de ciments à forte teneur alcaline augmente le risque d'apparition de la RSI [63]. Ainsi, le

risque d'expansion par suite d'un traitement thermique est accru par une teneur en alcalins élevée lors de l'hydratation.

Kelham [138] a évalué l'impact de l'alcalinité sur l'expansion de plusieurs types de mortiers avec l'ajout de KOH ou de  $K_2SO_4$  (voir Figure VII.12). En montrant une augmentation de l'expansion de 0,75 à 2,15% avec une teneur en alcalins de 0,58 à 1,23 % par rapport à la masse de ciment.

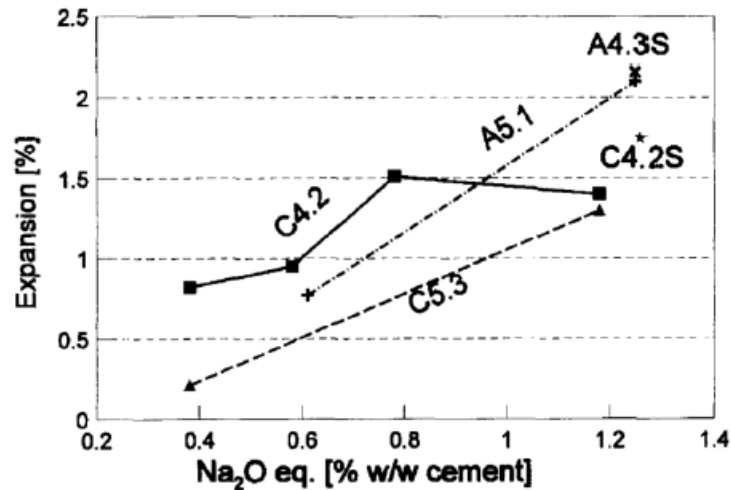


Figure VII.12 Effet de l'ajout des alcalins sur l'expansion après un échauffement à 90°C [138].

Récemment, en plus des alcalins du ciment originel, Hanehara et al. [103] ont ajouté du sulfate de potassium ( $K_2SO_4$ ) à des niveaux allant de 0,5 à 4 % pour des barres de mortier de dimension ( $4 \times 4 \times 160 \text{ mm}^3$ ). L'effet de sulfate de potassium a été examiné sur l'expansion de mortier. Bien que les échantillons ne présentent aucune expansion lorsqu'aucun sulfate n'est ajouté, l'expansion a été accélérée et la cinétique rendue plus rapide par l'augmentation de la concentration sulfate de potassium (voir Figure VII.13). Ceci est vrai pour tout ajout de sulfate, quel que soit son taux. Dans le cas où 0,5% du sulfate de potassium est ajouté, une expansion égale à 1 % a été observée à un âge de durcissement d'environ 200 jours. Avec des ajouts de sulfate de potassium de 1,5% ou plus, l'expansion commence à un âge de durcissement d'environ 30 jours. Avec l'ajout de 4% de sulfate de potassium, une expansion de 6 % a été observée à l'âge de durcissement de 150 jours et le mortier s'est totalement endommagé. Ainsi, la RSI peut se produire même avec une petite quantité de sulfates (estimée à 5%). L'échantillon de mortier s'est effondré après l'ajout de 4 % de  $K_2SO_4$ .

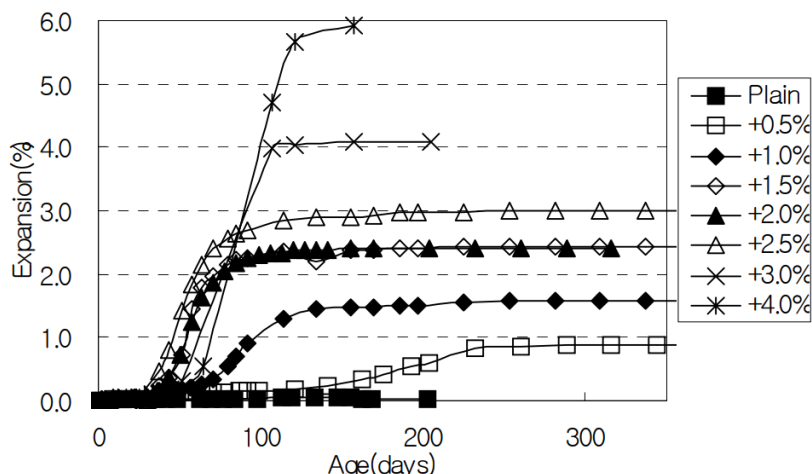


Figure VII.13 Influence de la quantité de sulfate de potassium sur l'expansion des barres de mortier chauffées à 90°C pendant 4 heures au jeune âge [103].

D'ailleurs, la majorité des chercheurs sont maintenant unanimes sur le rôle essentiel joué par les alcalins sur le développement de la RSI et sur la valeur finale de l'expansion [109][113][194].

- **Finesse du ciment**

Plusieurs études ont montré un lien entre l'ettringite différée et la finesse du ciment. La quantité de DEF augmente avec la finesse du ciment [83][109][138]. Plus précisément, l'expansion due à la DEF est d'autant plus grande que la surface spécifique du ciment est élevée.

Récemment, Pavoine et al. [195] ont expliqué qu'un ciment plus fin accélère le processus d'hydratation, ce qui augmente la température et modifie la réponse du béton vis-à-vis de la RSI. Ils ont étudié l'impact de plusieurs paramètres de ciment (teneur en alcalins et sulfates, finesse de ciment) sur l'expansion des échantillons cylindriques de béton (11x22 cm) qui ont subi une cure de 75°C et 85 °C pendant trois jours. Ils ont démontré qu'une surface spécifique élevée de ciment engendre des expansions importantes de l'ordre de 0,65% (voir Figure VII.14).

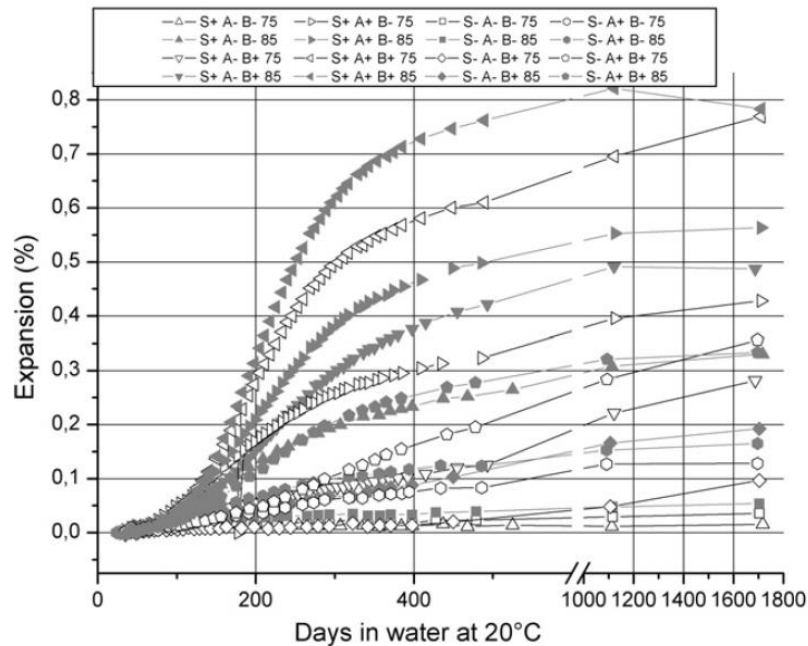


Figure VII.14 Expansion des spécimens de béton en fonction du temps (échantillons (11x22 cm) S/sulfate, A/alcalins, B/surface spécifique, + /élevée, -/ moins élevée et 75 et 85°C en température) [195] .

- **Additions minérales**

De nombreuses études ont été menées sur l'impact des ajouts minéraux sur la formation tardive de l'ettringite. Cinq types d'ajouts différents ont été étudiés : les cendres volantes, le laitier de haut fourneau, la fumée de silice, les pouzzolanes naturelles, et le métakaolin. Selon leur nature, ces additions agissent soit sur l'équilibre thermodynamique dans les échantillons curés, soit sur la microstructure de la pâte de ciment en diminuant sa porosité et en modifiant sa minéralogie. D'autres impacts chimiques, tels que la baisse de l'alcalinité du ciment ou les réactions de fixation de l'aluminate (sous forme de carboaluminates) sont possibles.

Ramlochan et al. [207] ont étudié cet effet en remplaçant une partie du ciment par des quantités variables de fumées de silice, de métakaolin, de cendres volantes et de laitiers de haut fourneau. Il s'avère que l'ajout de minéraux permet de réduire le gonflement à long terme de plus de la moitié (2,5% à 1%). Cette inhibition est possible pour des barres de mortier de dimensions 25x25x800 mm<sup>3</sup> ayant subi une cure thermique à 80°C pendant 12 heures avec un remplacement de 8% de fumée de silice. Cependant, une température plus élevée, nécessitera un taux de remplacement plus important (plus de 15 %). Cette diminution de l'expansion semble être à l'origine d'une densification du matériau, qui empêche les échanges d'eau et d'ions. En raison de la forte teneur en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans le métakaolin, un taux de remplacement de 8 % de ce dernier dans le ciment contribuera également à supprimer le gonflement à court et à long terme.

Selon Silva et al. [225], le métakaolin favoriserait la formation rapide de l'ettringite dans la matrice cimentaire, même à des températures élevées, diminuant ainsi la probabilité de formation tardive de l'ettringite. La quantité de cendres volantes nécessaire pour éviter le gonflement varie en fonction de sa composition. Cependant, certaines cendres peuvent agir comme une source de sulfates supplémentaire. Selon ces auteurs, la présence de cendres volantes permet de réduire le pic de température et a un impact chimique qui n'est pas encore totalement compris.

Dans les travaux de Leklou et al. [146], il est indiqué que l'utilisation de cendres volantes en remplacement partiel de la masse de ciment (de 10% à 30 % dans le cas présent) peut atténuer (cas de 10%) ou même éliminer (cas de 20% et 30%) l'expansion due à la RSI (voir Figure VII.15).

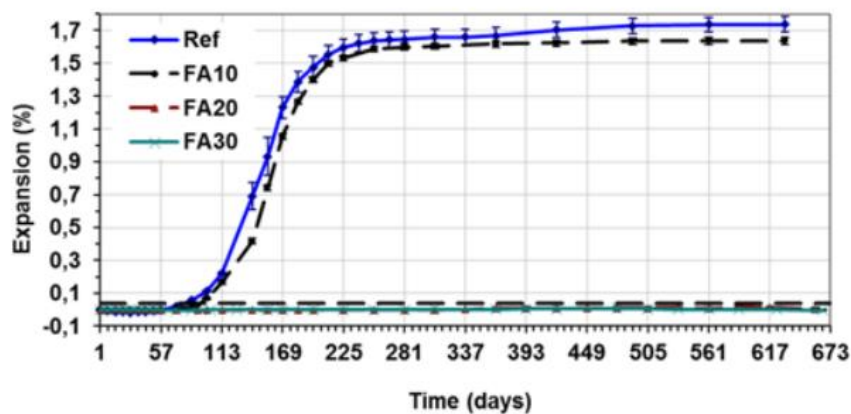


Figure VII.15 Expansions de l'échantillon de référence (Ref) et des échantillons préparés avec différents contenus de cendres volantes (FA10, FA20 et FA30) en fonction du temps [146].

Les travaux d'Asamoto et al. [12] montrent qu'une substitution de 25 % en masse de ciment Portland par les fillers des cendres volantes dans des échantillons de pâte de ciment et de mortier supprime tout risque d'expansion, ce qui confirme les résultats de Ramlochan [207] et Leklou [146].

Nguyen et al. [182] ont étudié les effets de la pouzzolane naturelle en substituant 10, 20 et 30% du ciment dans une formulation de mortier réactif à la RSI. L'impact inhibiteur de la pathologie s'avère plus prononcé pour la pouzzolane qui était plus fine et en teneur plus élevée. Pour que l'expansion soit très faible (de l'ordre de 0,02%), il était essentiel d'avoir une composition de 30% de pouzzolane fine de surface spécifique  $3710 \text{ g/cm}^2$  avec des grains ayant à peu près la même taille que le ciment ( $<100 \mu\text{m}$ ). De plus, Nguyen [181] a découvert que 20% du ciment remplacé par des cendres volantes ou du métakaolin est suffisant pour abaisser l'expansion en dessous du seuil de 0,04% (recommandation LCPC n° 66). En revanche, les remplacements de pouzzolane de 10 à 30% augmentent significativement la porosité du mortier et diminuent sa résistance à la compression. D'autre part, l'impact était plus faible lorsque les cendres volantes et le métakaolin étaient tous deux utilisés à 10 %. En revanche, la

composante cendres volantes à 20%, a diminué la porosité du mortier au cours des six premiers mois, en améliorant sa résistance à la compression.

Les recherches sur les fillers calcaires sont moins nombreuses que celles sur les ajouts minéraux précédemment cités. Silva et al. [225] ont constaté que le béton (cylindres 11x22 cm) dans lequel le ciment Portland ordinaire était remplacé par 10%, 15% et 20% de filler calcaire présente des expansions de l'ordre de 1% plus importantes que le béton sans filler calcaire qui développe des expansions de l'ordre de 0,4% (voir Figure VII.16).

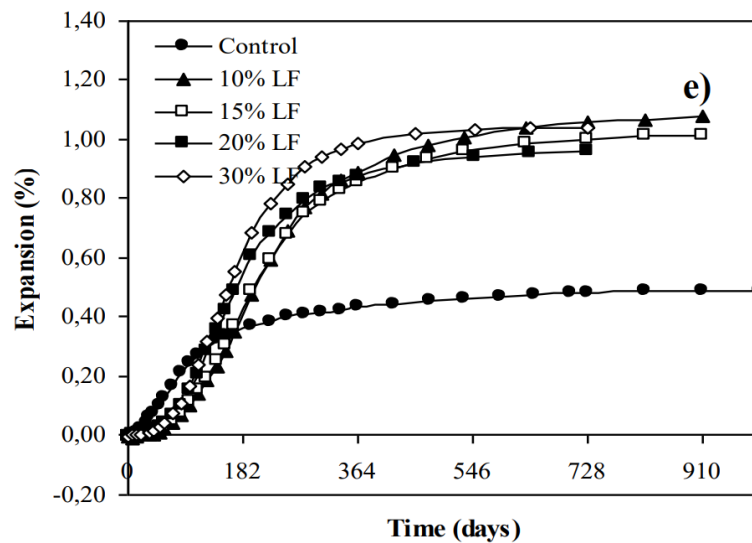


Figure VII.16 Comparaison des courbes d'expansion pour différents échantillons de béton (cylindres 11x22 cm) pour un taux de substitution de béton par le filler de calcaire (LF : Limestone Filler) avec des échantillons de référence (control) sans substitution [225].

De même, Asamato et al. [12] ont montré qu'une substitution de 15 % en masse de ciment portland par les fillers de calcaire engendre des expansions dans des échantillons de pâte de ciment pure plus importantes que celles de ciment ordinaire sans ajouts minéraux et des expansions égales dans le cas du mortier (voir Figure VII.17).

Asamato et al. [12] expliquent que les ions carbonates apportés par le filler calcaire dans le ciment peuvent réagir avec le monosulfate pour former de l'hémi-carbonate ou monocarbonate et libérer des ions sulfates dans la solution interstitielle et dans les pores. Les ions sulfates ainsi libérés peuvent réagir avec les aluminates fixés dans les C-S-H, ce qui entraîne l'expansion due à la formation d'ettringite différée, comme indiqué précédemment. La libération d'ions sulfates dans la solution interstitielle a également été confirmée par un test supplémentaire (chromatographie de la solution de conservations des échantillons).



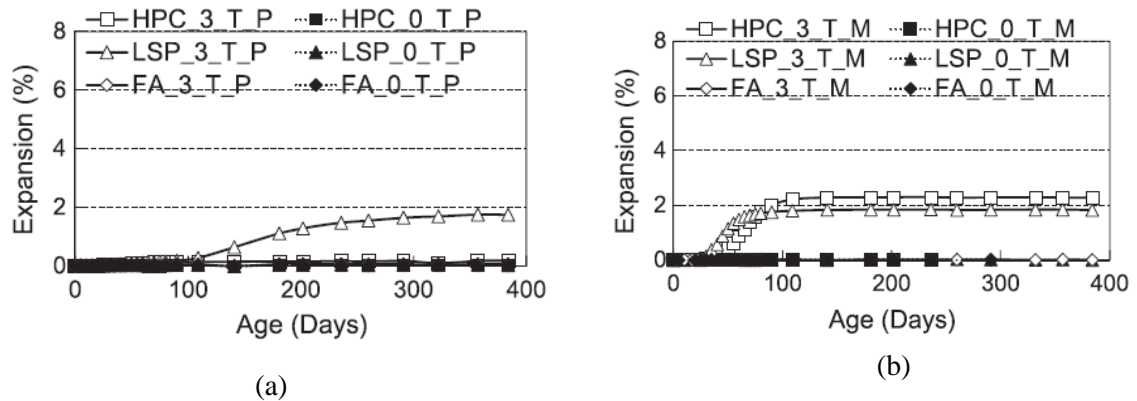


Figure VII.17 Expansions des éprouvettes immergées dans l'eau du robinet (T : Tape water) : (a) de pâte de ciment (P) ; (b) de mortier (M) (HPC : béton ordinaire ; LSP : filler de calcaire et FA : cendres volantes) [12].

Enfin, selon Ramlochan et al. [207], un taux de substitution de 25% est nécessaire pour le laitier de haut fourneau afin d'éliminer la pathologie. Il a été démontré que les laitiers de hauts fourneaux ajoutés au béton réduisent les expansions dues à la RSI [102][238] .

L'étude réalisée par Silva et al. [225] sur des échantillons de béton (cylindres 11x22 cm) indique également les taux de remplacement (% en masse) pour chacun des apports à partir desquels la réduction de l'expansion est effective : 15% pour les cendres volantes, 10% pour le métakaolin, 40% pour le laitier de haut fourneau et 10% pour les fumées de silice.

## VII.5.2 Granulats

- **Nature minéralogique**

Le type de granulats utilisés dans la formulation du béton semble avoir un impact sur les expansions provoquées par la RSI. Les deux principales catégories de granulats de carrière sont les granulats siliceux et les granulats calcaires. D'autres catégories, comme les granulats de granite et de basalte, sont également reconnues mais sont moins utilisées dans la formulation des bétons. De nombreuses études ont montré que les bétons et les mortiers fabriqués avec des granulats siliceux engendrent des expansions plus importantes que ceux fabriqués avec des granulats calcaires [41][92] [155][203][264] .

Récemment, Pichelin et al. [203] ont montré que des échantillons de bétons pathologiques avec des granulats siliceux atteignent 0,95% d'expansion après 400 jours alors que les échantillons de bétons avec des granulats calcaires ont une expansion (de l'ordre de 0,76% à 400 jours). Ces résultats confirment l'idée que le gonflement lié à la RSI pourrait être réduit par l'utilisation de granulats calcaires dans la formulation de béton (voir Figure VII.18), avec des épaisseurs d'ITZ plus fines, moins poreuses et plus résistantes.

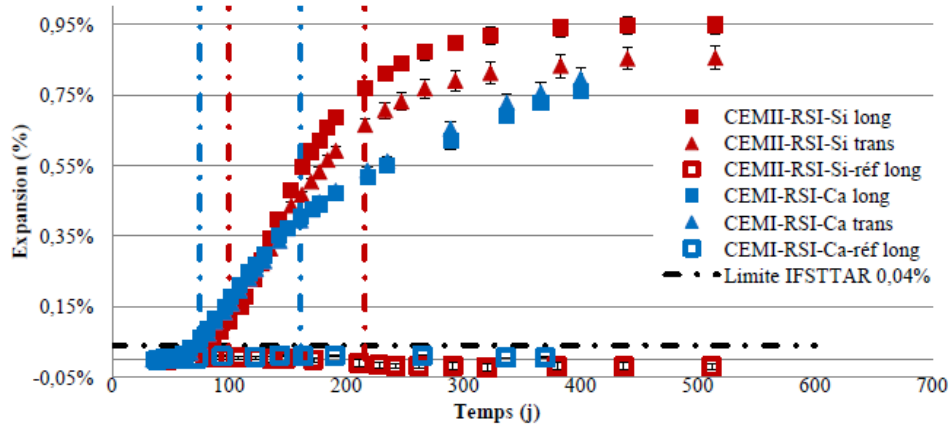


Figure VII.18 Évolution des expansions longitudinales (long) et transversales (trans) pour des échantillons (11 x 22 cm) avec granulats siliceux (Si) et calcaires (Ca) en fonction du temps [203].

De même, Oztekin [193] a démontré une influence significative de la nature des sables utilisés dans la formulation de barres de mortier de dimensions (25x25x280 mm<sup>3</sup>) sur l'expansion causée par la RSI. Comme illustré sur la Figure VII.19, le sable calcaire réduit considérablement l'expansion du mortier (0,1% à 240 jours) par rapport au sable siliceux (0,24% à 240 jours).

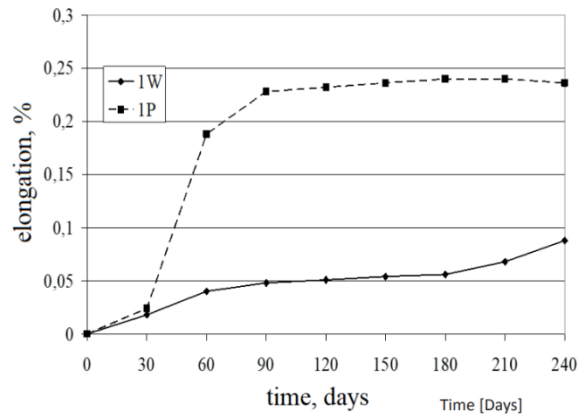


Figure VII.19 Expansions des barres en mortier avec du sable « quartz » [1P] ou avec des granulats calcaires [1W], dans le temps [193].

Cette différence de comportement est expliquée par une variation de l'auréole de transition à l'interface pâte-granulat. En réalité, les caractéristiques de l'ITZ sont étroitement liées à la composition minéralogique des agrégats (section I.1.2). L'ITZ est plus poreuse et plus fragile avec des granulats siliceux car elle est principalement constituée de Portlandite. Lorsque la pâte de ciment est combinée à des granulats calcaires, il en résulte une couche nettement plus dense composée principalement de carboaluminates de calcium hydraté. Des échanges plus importants d'eau et d'ions sont possibles dans cette zone en raison de la porosité plus élevée de l'ITZ avec les granulats siliceux. Cette zone plus

perméable favorisera un développement particulier de DEF. Par conséquent, le taux de dégradation du béton sera influencé de manière significative par la porosité de l'ITZ.

- **Dimension et fraction volumique**

La littérature ne s'accorde toujours pas sur l'influence de la taille des granulats avec l'expansion des éprouvettes. En effet, celle-ci affecte les pressions de cristallisation ainsi que la porosité du béton et, par conséquent, les échanges ioniques et hydriques. En utilisant des granulats siliceux (quartz), Grattan-Bellew et al. [92] ont démontré que l'expansion obtenue est inversement proportionnelle à la taille des granulats et que, par conséquent, une quantité plus importante d'ettringite est générée en présence de granulats de petite taille (voir Figure VII.20).

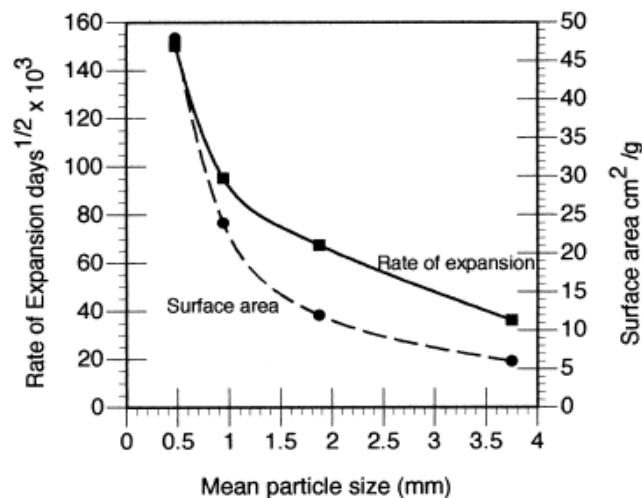


Figure VII.20 Corrélation entre le taux d'expansion produit par la RSI et la taille des granulats [92].

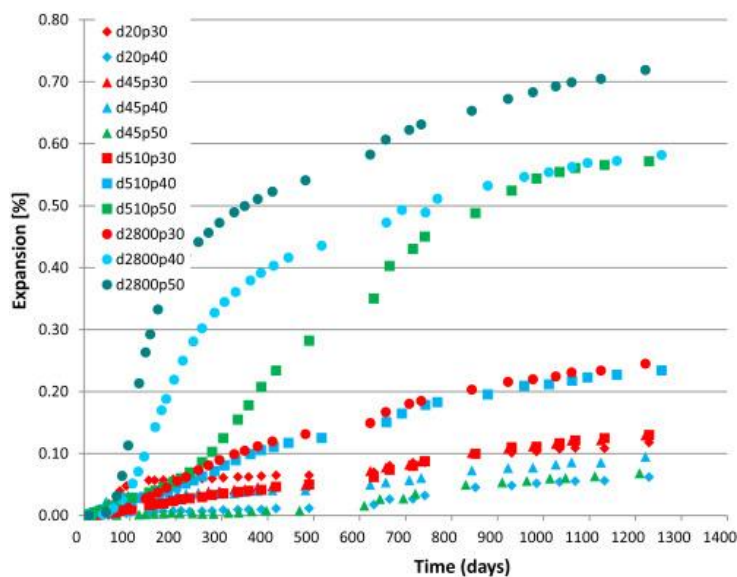


Figure VII.21 Évolutions de l'expansion pour tous les mortiers (dXpY : X= diamètre du granulat en µm et Y= taux de granulats en %) [6].

Des résultats similaires ont été actés dans l'étude de Fu et al. [83]. Les auteurs ont attribué ce phénomène à une microfissuration importante qui se produit pendant le traitement thermique dans le cas d'un sable à grains fins. En outre, l'utilisation de granulats fins permet de réduire la porosité de la pâte cimentaire, ce qui se traduit par un gonflement plus important lorsque les forces de cristallisation sont appliquées. Néanmoins, Heinz [109] et Al Shamaa et al. [6] qui démontrent qu'une taille de particules minuscule peut entraîner une inhibition du gonflement, ne sont pas d'accord avec cette affirmation finale. En réalité, le potentiel lien entre des granulats plus gros a permis d'augmenter les échanges d'eau et d'ions, et donc, de diminuer la période de latence [109].

Al Shamaa et al. [6] ont montré que lorsque le diamètre des granulats calcaires augmente (diamètre variant entre 20 et 2800  $\mu\text{m}$ ), le gonflement augmente et la période latente diminue (voir Figure VII.21). Cependant, la fraction volumique des granulats modifie aussi la cinétique : le taux de gonflement et la vitesse de gonflement sont plus importants lorsque le pourcentage de charge calcaire est augmenté de 30 à 50%.

### **VII.5.3 Rapport E/C**

Le rapport E/C affecte les caractéristiques mécaniques du béton, en particulier ses qualités de transfert (porosité, perméabilité, etc.). Des études ont été menées pour clarifier l'influence de ce rapport sur la RSI en tant que premier indicateur de durabilité. Les résultats concernant l'impact du rapport eau/ciment sur la DEF sont parfois contradictoires.

Les interprétations de Stark et Bollmann [233] indiquent qu'une baisse du rapport E/C entrainerait une expansion plus importante car il y aurait moins d'espaces disponibles pour la précipitation d'ettringite. Ce constat a été soutenu par Petrov [200] qui a montré que la diminution du rapport E/C retardait considérablement les expansions provoquées par la DEF et augmentait la valeur finale de l'expansion. D'autre part, Ouyang et al. [191] ont constaté que la diminution du rapport E/C augmentait la résistance à l'agression interne par les sulfates parce que la porosité plus faible réduisait les transferts hydriques et ioniques.

En revanche, les travaux de Leklou et al. [145] ont montré comment le rapport E/C affecte la cinétique au début de la RSI : plus le rapport E/C est élevé, plus l'ettringite se développe tôt. Cette distinction a cependant peu d'impact sur la valeur finale d'expansion (voir Figure VII.22) pour un E/C valant 55 ou 60% (expansion proche de 2%). Par contre, pour un E/C=50%, la cinétique est plus lente et le gonflement maximal est plus faible (~1,7%)

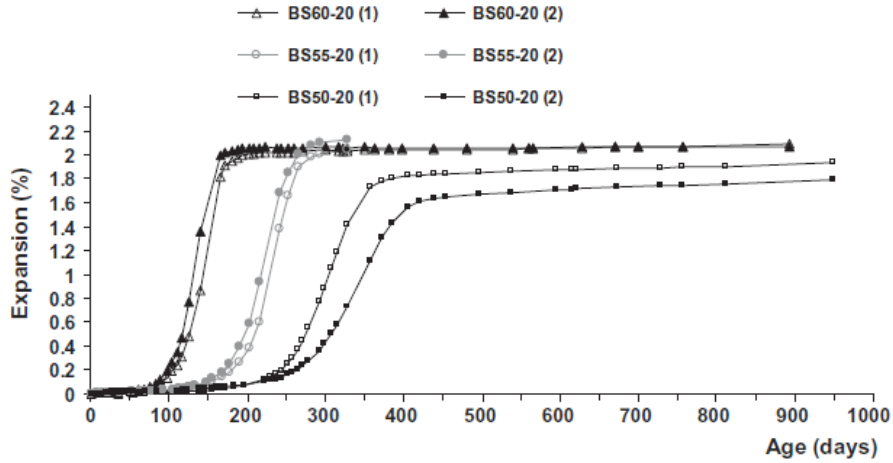


Figure VII.22 Expansions longitudinales des mortiers BS comportant différents rapports E/C, conservation à 20°C [145].

## VII.6 Schéma d'homogénéisation « Mori-Tanaka »

Le modèle de Mori-Tanaka a pour particularité sa capacité de fournir des estimations fiables des propriétés mécaniques avec peu d'information sur la microstructure [171]. Il est connu également pour sa robustesse et on peut l'utiliser dans le cas d'une répartition aléatoire des particules. Dans ce modèle, on considère le béton comme étant un matériau biphasique : une matrice et des inclusions. La contrainte moyenne et la déformation moyenne dans un matériau sont définies comme suit :

$$\langle \bar{\sigma} \rangle = \frac{1}{V} \int \bar{\sigma} \cdot dv \quad (\text{VII.1})$$

$$\langle \bar{\varepsilon} \rangle = \frac{1}{V} \int \bar{\varepsilon} \cdot dv \quad (\text{VII.2})$$

où  $\langle . \rangle$  est la moyenne spatiale. L'équation constitutive macroscopique qui relie la contrainte à la déformation est la suivante :

$$\langle \bar{\sigma} \rangle = \overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\bar{C}}}} \langle \bar{\varepsilon} \rangle \quad (\text{VII.3})$$

et  $\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\bar{C}}}}$  représente le tenseur de rigidité. Selon Mori-Tanaka, la rigidité dans un matériau composite formé d'une matrice  $m$  et de  $N$  phases  $i$ , est définie avec l'équation suivante :

$$\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\bar{C}}}} = \overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\bar{C}}}_m} + \sum_{i=1}^N \phi_i \left| \left( \overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\bar{C}}}_i} - \overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\bar{C}}}_m} \right) \overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{A}}_{Esh}} \right| \left[ \phi_m \overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{I}}} + \sum_{i=1}^N \phi_i \overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{A}}_{Esh}} \right]^{-1} \quad (\text{VII.4})$$

Avec  $\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\bar{C}}}_m}$  et  $\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\overset{\equiv}{\bar{C}}}_i}$  sont respectivement les rigidités de la matrice  $m$  et de la phase  $i$ ,  $\phi_m$  et  $\phi_i$  sont respectivement la fraction volumique de la matrice  $m$  et de la phase  $i$ .  $| \cdot |$  permet de donner une moyenne

sur toutes les orientations possibles de la phase  $i$ .  $\overline{\overline{\overline{A}}}_{Esh}$  est le tenseur de localisation des déformations obtenu par l'équation suivante :

$$\overline{\overline{\overline{A}}}_{Esh} = \left[ \overline{\overline{\overline{I}}} + E_i \overline{\overline{\overline{S}}}_m^i \left( \overline{\overline{\overline{C}}}_i - \overline{\overline{\overline{C}}}_m \right) \right]^{-1} \quad (\text{VII.5})$$

où  $E_i$  le module d'Young de l'inclusion  $i$  et  $\overline{\overline{\overline{S}}}_m^i$  le tenseur de souplesse de la matrice qui dépend de la forme de l'inclusion  $i$ .

Revenons à l'hypothèse considérant le béton numérique comme un matériau biphasique avec des inclusions ayant une forme sphérique et donc sans orientation privilégiée. Dans ce cas, le paramètre  $N$  prend la valeur 1 et les tenseurs de rigidité  $\overline{\overline{\overline{C}}}$  et d'Eshelby  $\overline{\overline{\overline{A}}}_{Esh}$  deviennent :

$$\overline{\overline{\overline{C}}} = \overline{\overline{\overline{C}}}_m + \phi \left[ \left( \overline{\overline{\overline{C}}}_i - \overline{\overline{\overline{C}}}_m \right) A \left( \left( \overline{\overline{\overline{1}}} - \phi \right) \overline{\overline{\overline{I}}} + \phi \overline{\overline{\overline{A}}} \right) \right]^{-1} \quad (\text{VII.6})$$

$$\overline{\overline{\overline{A}}} = \left( 1 + S_m^i C_m^{-1} (C_i - C_m) \right)^{-1} \quad (\text{VII.7})$$

où  $\phi$  est la fraction des inclusions et le tenseur de souplesse dans le cas des inclusions sphériques devient:

$$\left\{ \begin{array}{l} S_{m1111}^i = S_{m2222}^i = S_{m3333}^i = \frac{7-5\nu_m}{15-(1-\nu_m)} \\ S_{m1122}^i = S_{m2211}^i = S_{m1133}^i = S_{m2233}^i = S_{m3311}^i = S_{m3322}^i = \frac{5\nu_m-1}{15-(1-\nu_m)} \\ S_{m1212}^i = S_{m1313}^i = S_{m2323}^i = \frac{4-5\nu_m}{15-(1-\nu_m)} \end{array} \right. \quad (\text{VII.8})$$

Il est clair que le tenseur d'Eshelby ne dépend pas des propriétés élastiques des inclusions, il dépend de leurs formes. Les deux phases constitutives du béton ont un comportement linéaire isotrope et donc leurs tenseurs de rigidité peuvent être présentés comme suit :

$$C_{mijkl} = \frac{E_m}{2(1+\nu_m)} (\delta_{il}\delta_{jk} + \delta_{ik}\delta_{jl}) + \frac{E_m\nu_m}{(1+\nu_m)(1-2\nu_m)} \delta_{il}\delta_{jk} \quad (\text{VII.9})$$

$$C_{ijkl} = \frac{E_i}{2(1+\nu_i)} (\delta_{il}\delta_{jk} + \delta_{ik}\delta_{jl}) + \frac{E_i\nu_i}{(1+\nu_i)(1-2\nu_i)} \delta_{il}\delta_{jk} \quad (\text{VII.10})$$

On obtient le module d'Young homogénéisé en prenant le premier terme du tenseur de souplesse. Ce dernier est calculé en inversant le tenseur de rigidité moyen calculé à travers l'équation (VII.6).

## VII.7 Observations au MEB des échantillons RSI à 70 et 100 jours de dégradation

Cette section présente les observations réalisées au MEB sur section polie au MEB-EDS à l'université de Montpellier. Sur des échantillons polis, deux dates de conservation (70 et 100 jours) sont regardées. La Figure VII.23 montre la zone ciblée au MEB que l'on suppose favorable à la précipitation de l'ettringite différée.

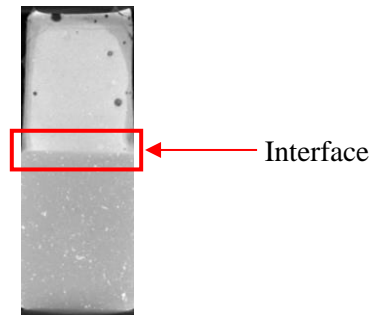


Figure VII.23 Zone privilégiée pour la précipitation de l'ettringite différée ciblée par les visualisations au MEB : interface pâte/granulat.

Les visualisations de l'interface des section polies d'échantillons RSI à 70 et 100 jours de conservation sont présentées sur la Figure VII.24.

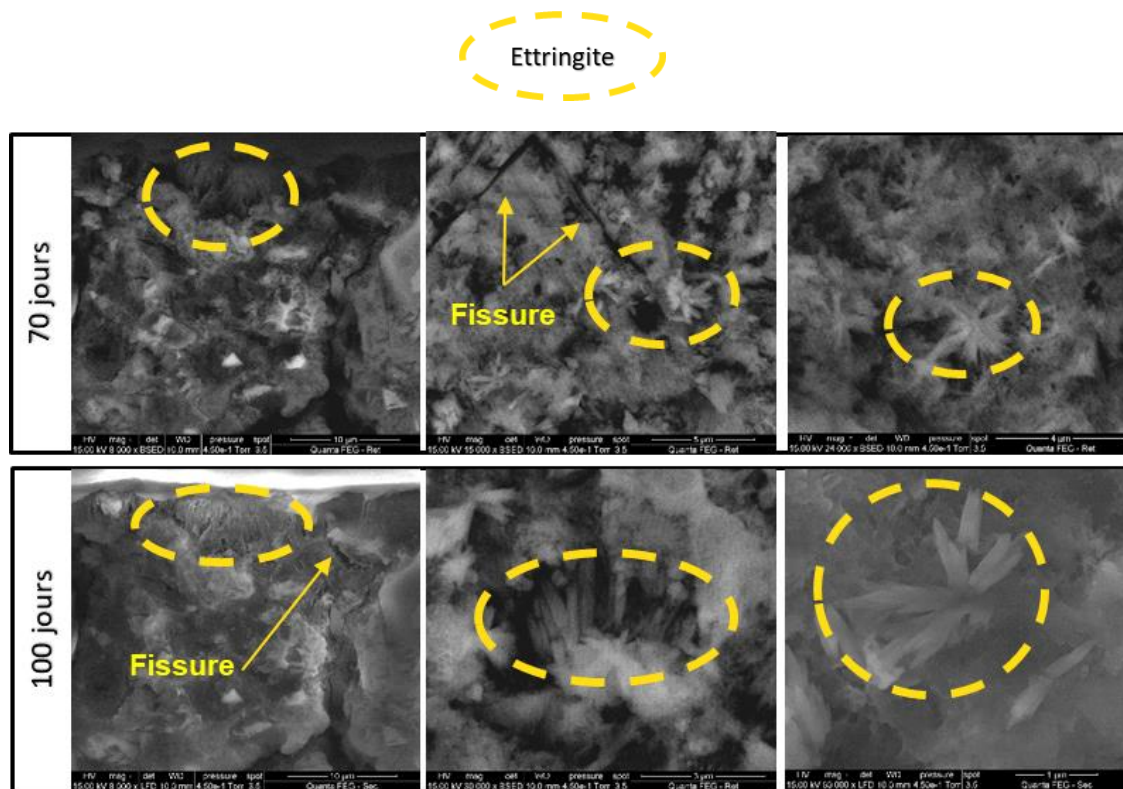


Figure VII.24 Images MEB de la précipitation d'ettringite différée dans la pâte de ciment au niveau de zone d'interface sous forme d'aiguilles à 70 et 100 jours de conservation.

On constate la présence d'ettringite différée sous forme des aiguilles dans la zone d'interface. Cette précipitation est aléatoire et dispersée. A ce stade, il n'y a pas de précipitation massive de l'ettringite au niveau de l'interface. En revanche, la formation de l'ettringite entraîne des pressions de cristallisation et, donc, des microfissurations dans la pâte de ciment, comme illustrées sur la Figure VII.24.

## VII.8 Quantification de la précipitation d'ettringite avec le logiciel HighScore

Après la réalisation DRX sur les échantillons (section polie et poudre), les profils obtenus sont post-traités avec le logiciel HighScore afin d'identifier les pics (ettringite, portlandite et calcite s'il y en a) et ainsi quantifier le taux d'ettringite précipité. Un exemple de post-traitement d'un profil DRX sur section polie à 270  $\mu\text{m}$  de profondeur d'un échantillon RSI à 10 mois de conservation est illustré sur la Figure VII.25.

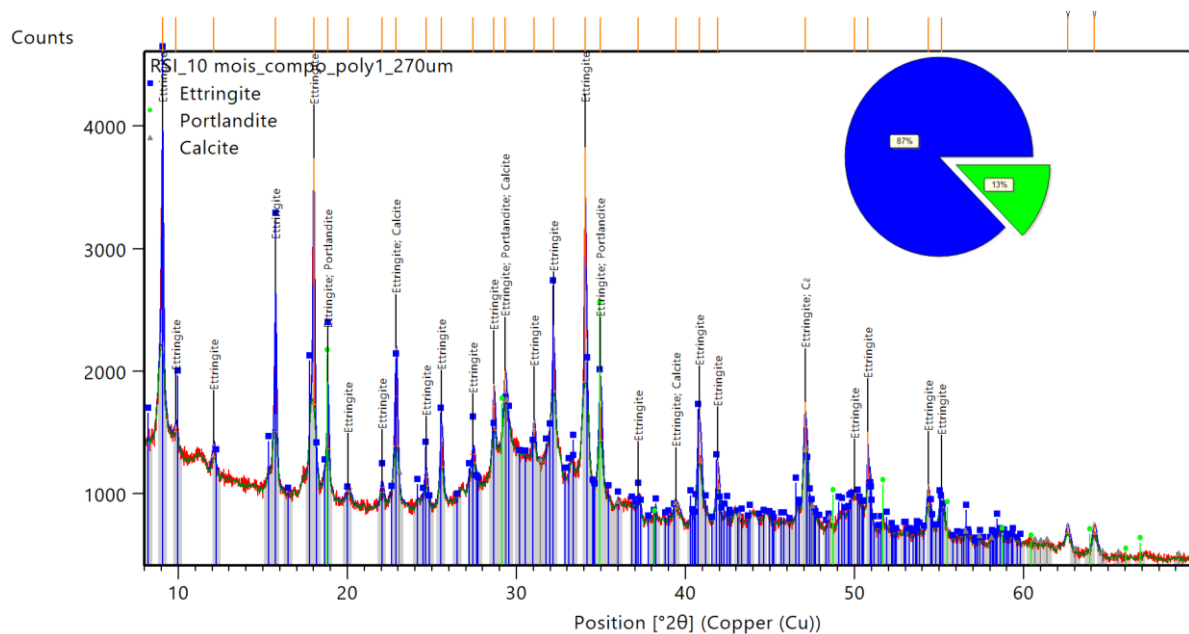


Figure VII.25 Identification et quantification des pics d'ettringite réalisé dans le logiciel HighScore sur section poli à 270  $\mu\text{m}$  de profondeur d'un échantillon RSI à 10 mois de conservation.



## VII.9 Confrontation expérimentale/numérique de l'essai de flexion trois points centrée sur un composite avec une interface inclinée de 45°

L'essai de flexion trois points centrée sur composites avec granulats inclinés de 45° permet de valider l'efficacité du modèle CZM dans la prédiction de la propagation de fissure en mode mixte au niveau de l'interface. Ainsi, des simulations ont été lancées avant la réalisation de cette nouvelle campagne expérimentale avec un nouveau composite. Les résultats sont présentés dans les Figure VII.26 et Figure VII.27.

La Figure VII.26 compare les faciès de fissuration expérimentaux et numériques. Il en découle un bon accord entre les trajectoires de rupture prédites numériquement et les observations expérimentales. Pour la configuration C2, un chemin de fissure qualitativement identique est obtenu expérimentalement et numériquement. Pour la configuration C1, la prédiction se révèle moins pertinente avec l'obtention de deux faciès différents.

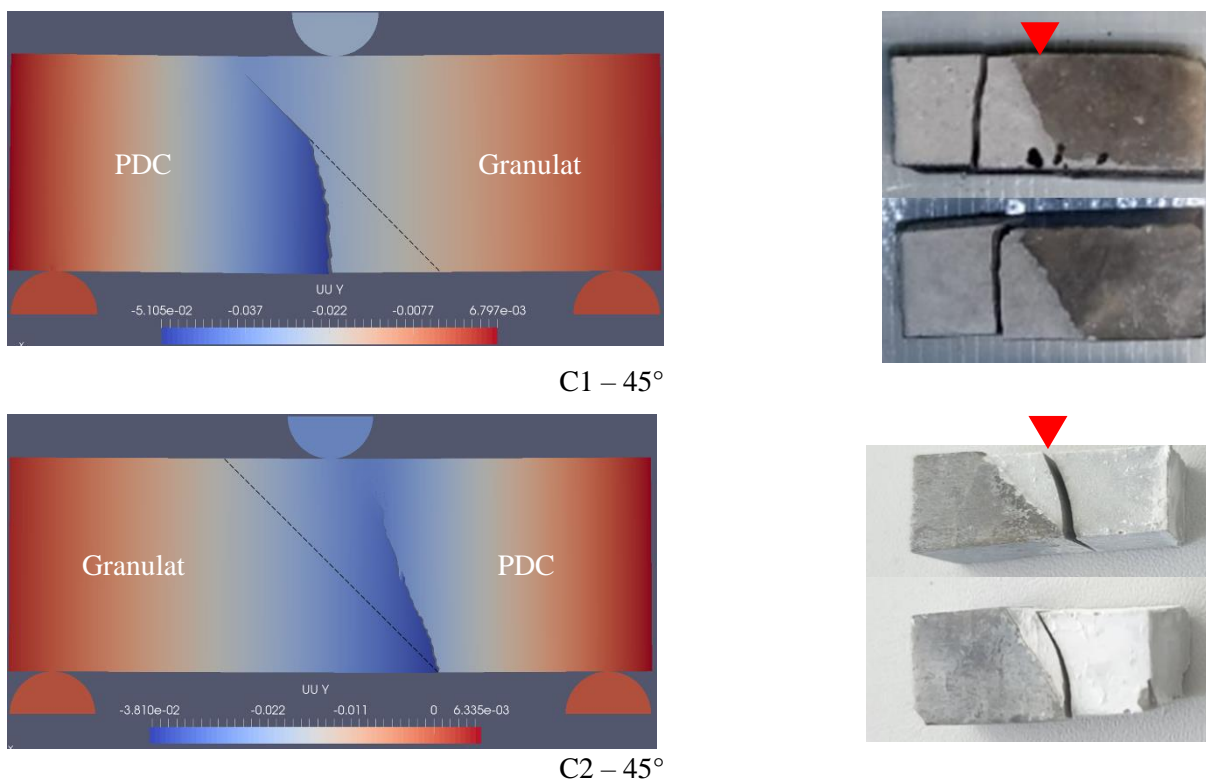


Figure VII.26 Comparaison qualitative des trajectoires de fissuration observées expérimentalement et prédites numériquement pour l'essai de flexion centrée trois points effectués sur des échantillons composites avec inclinaison 45° de l'interface.

Sur la Figure VII.27, sont respectivement tracées en noir les réponses mécaniques expérimentales et en rouge celles numériques des composites, lors de la flexion trois points, pour les deux types de

configurations. D'un point de vue quantitatif, la comparaison des réponses mécaniques expérimentales et celles prédites numériquement donne une cohérence globale raisonnable entre les résultats.

Ainsi, le modèle CZM retenu avec ce choix d'identification des paramètres cohésifs permettent de prédire le mode mixte de fissuration d'une éprouvette dont la géométrie n'a pas initialement été confectionnée expérimentalement.

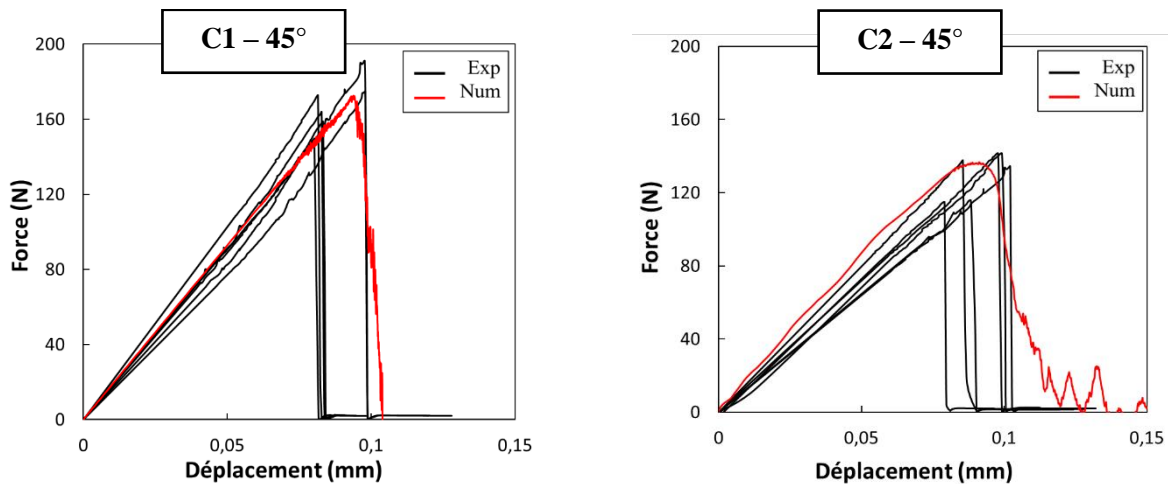
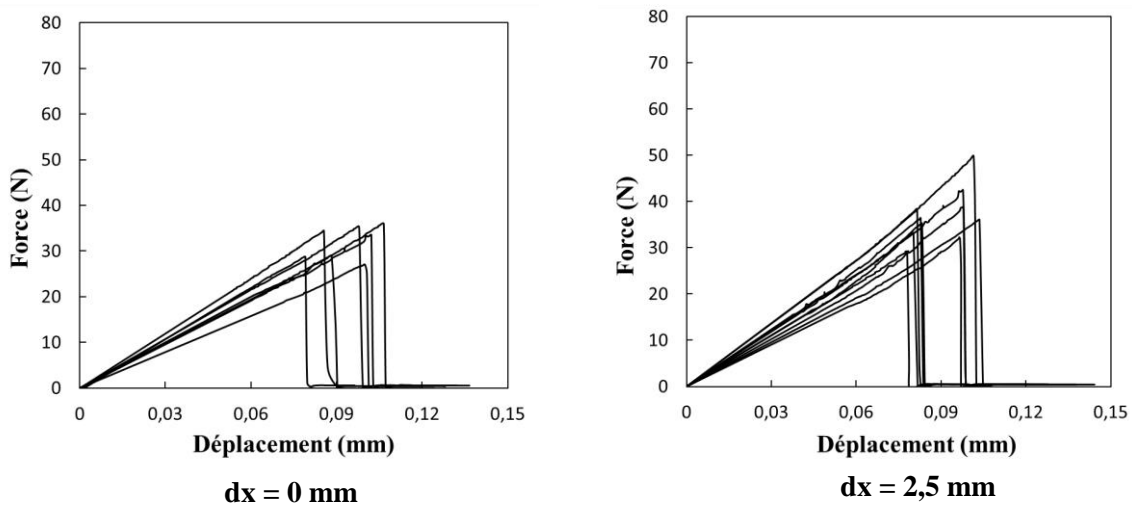
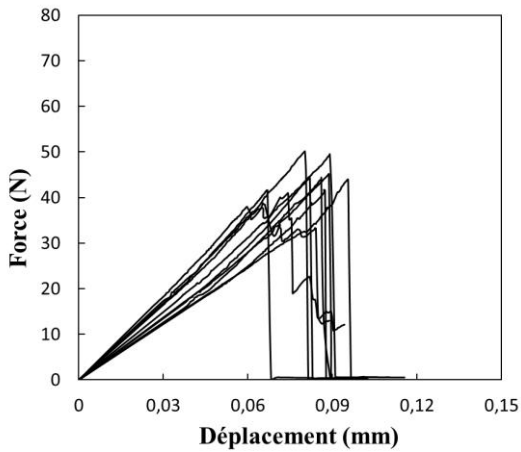


Figure VII.27 Courbes expérimentales (noires) et numériques (rouge) des forces - déplacements des éprouvettes composites avec inclinaison de 45° en flexion trois points centrée pour les deux configurations (C1 et C2).

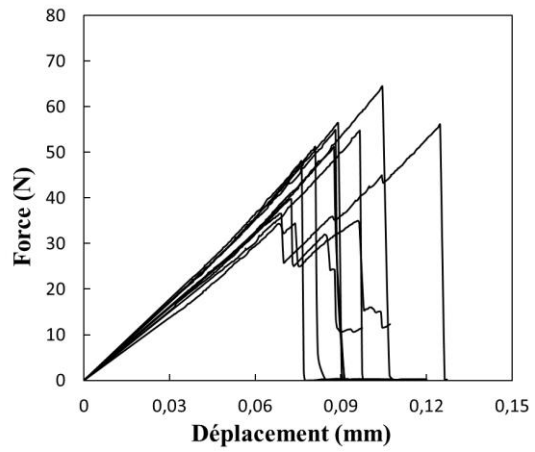
## VII.10 Essais de flexion trois points sur éprouvettes RSI : courbes forces-déplacement

### VII.10.1 Essais de flexion trois points « excentrée » - pâte de ciment





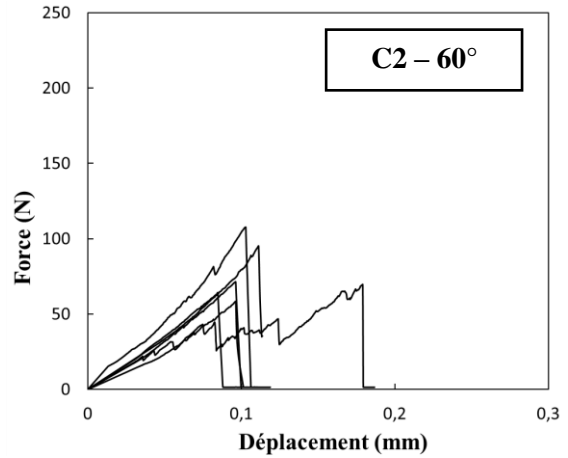
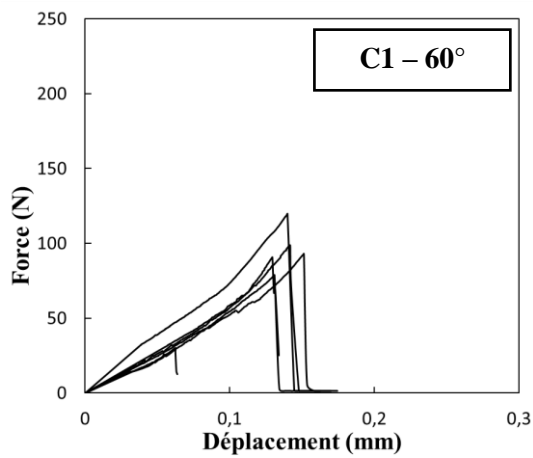
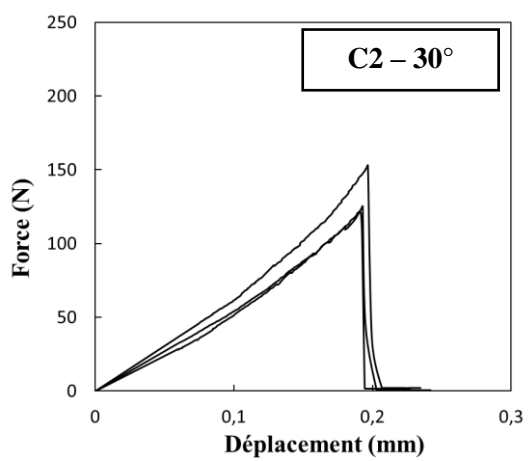
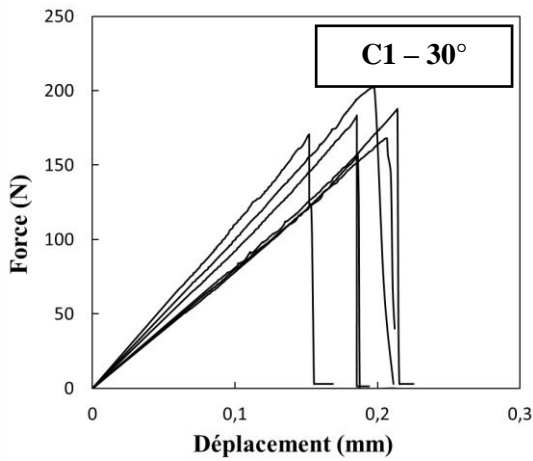
**dx = 5 mm**



**dx = 7,5 mm**

Figure VII.28 Courbes expérimentales des forces - déplacements des éprouvettes de pâte de ciment RSI en flexion trois points « excentrée » pour différentes excentricités dx.

### VII.10.2 Essais de flexion trois points « centrée » - composite oblique



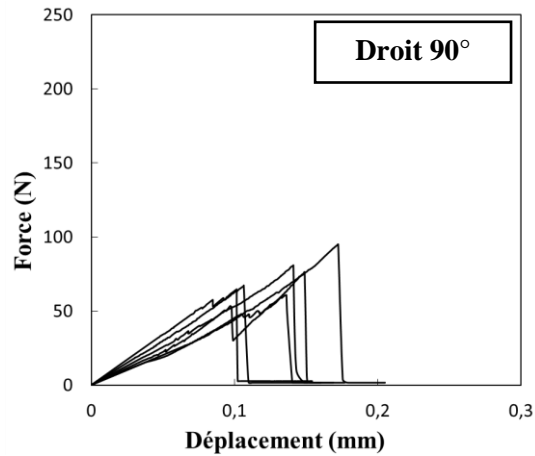


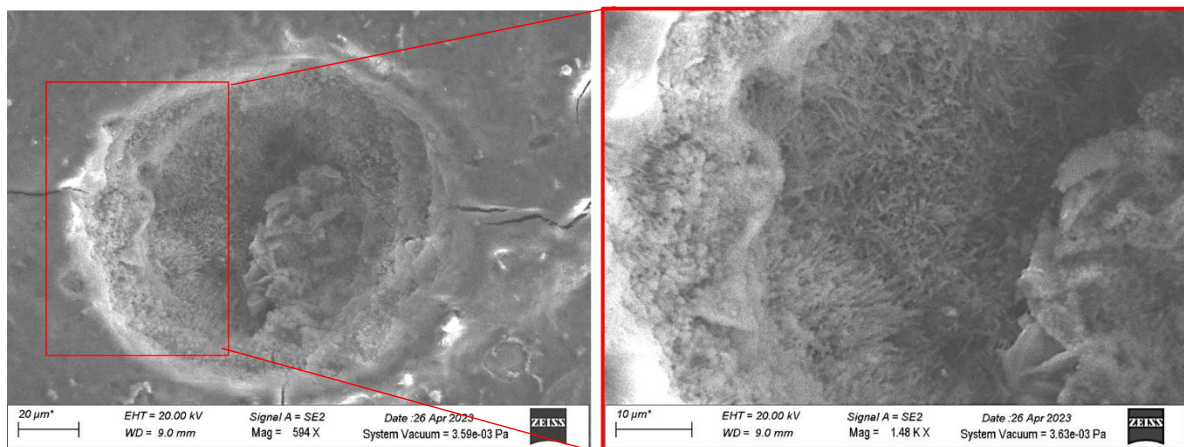
Figure VII.29 Courbes expérimentales des forces - déplacements des éprouvettes composites RSI avec différentes inclinaisons en flexion centrée trois points pour les deux configurations (C1 et C2).

## VII.11 Résultats des essais de caractérisations pour les bétons pathologiques

Des résultats supplémentaires (MEB-EDS, cartographie, fracture fraîche et micro-tomographie) de caractérisations de béton atteint de la RSI à l'échelle locale sont présentés dans cette partie.

### VII.11.1 MEB-EDS

#### VII.11.1.1 Pores



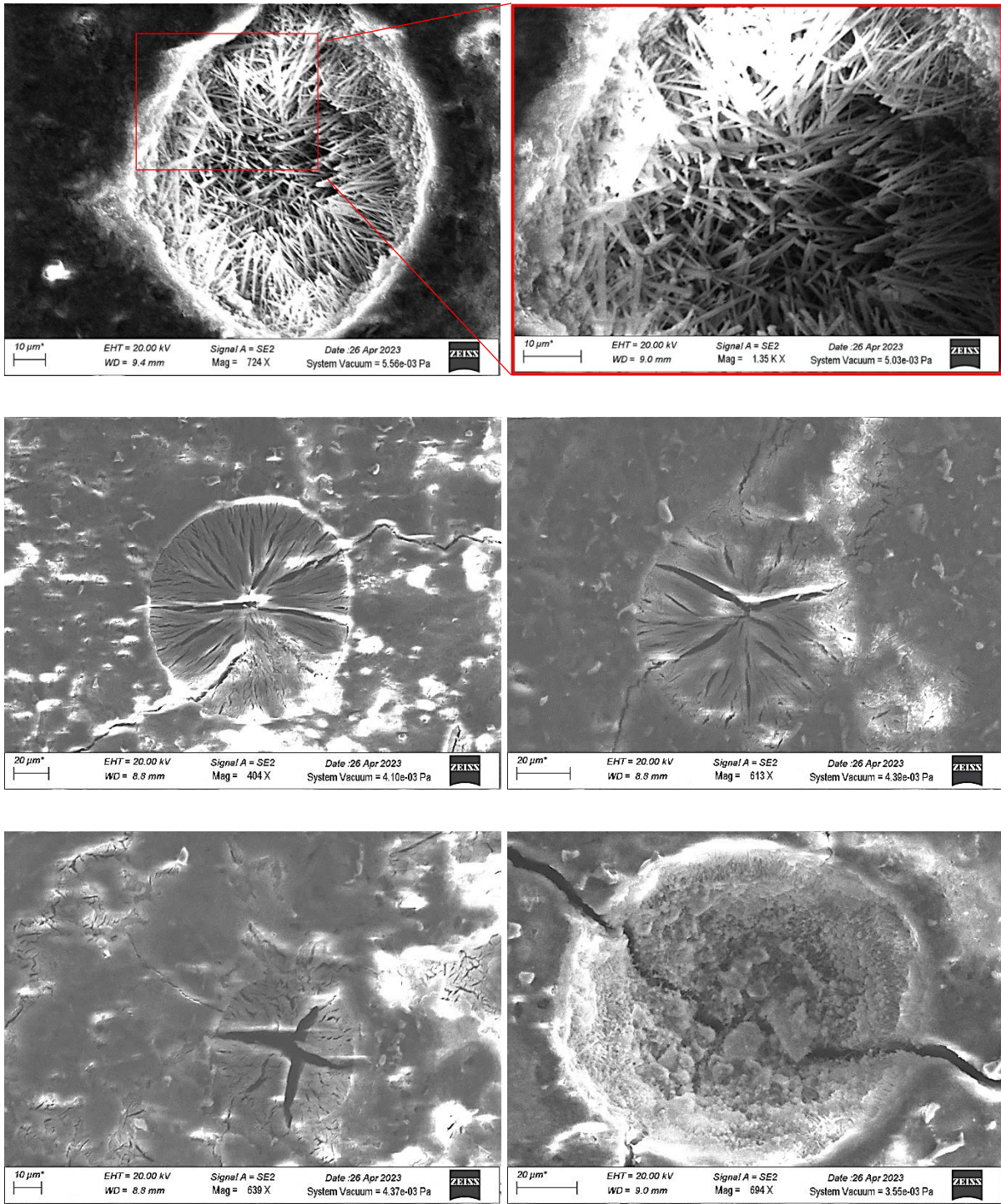
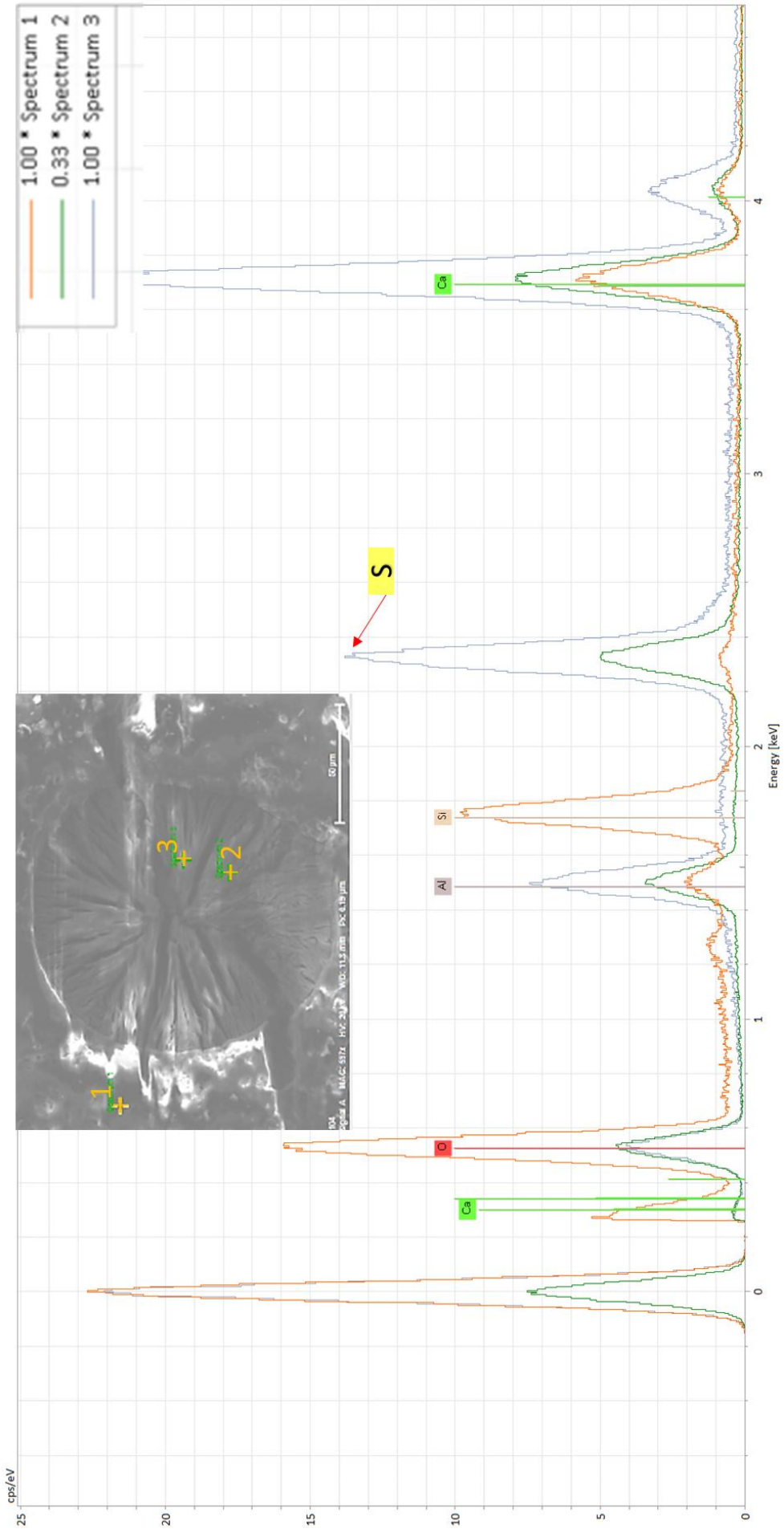
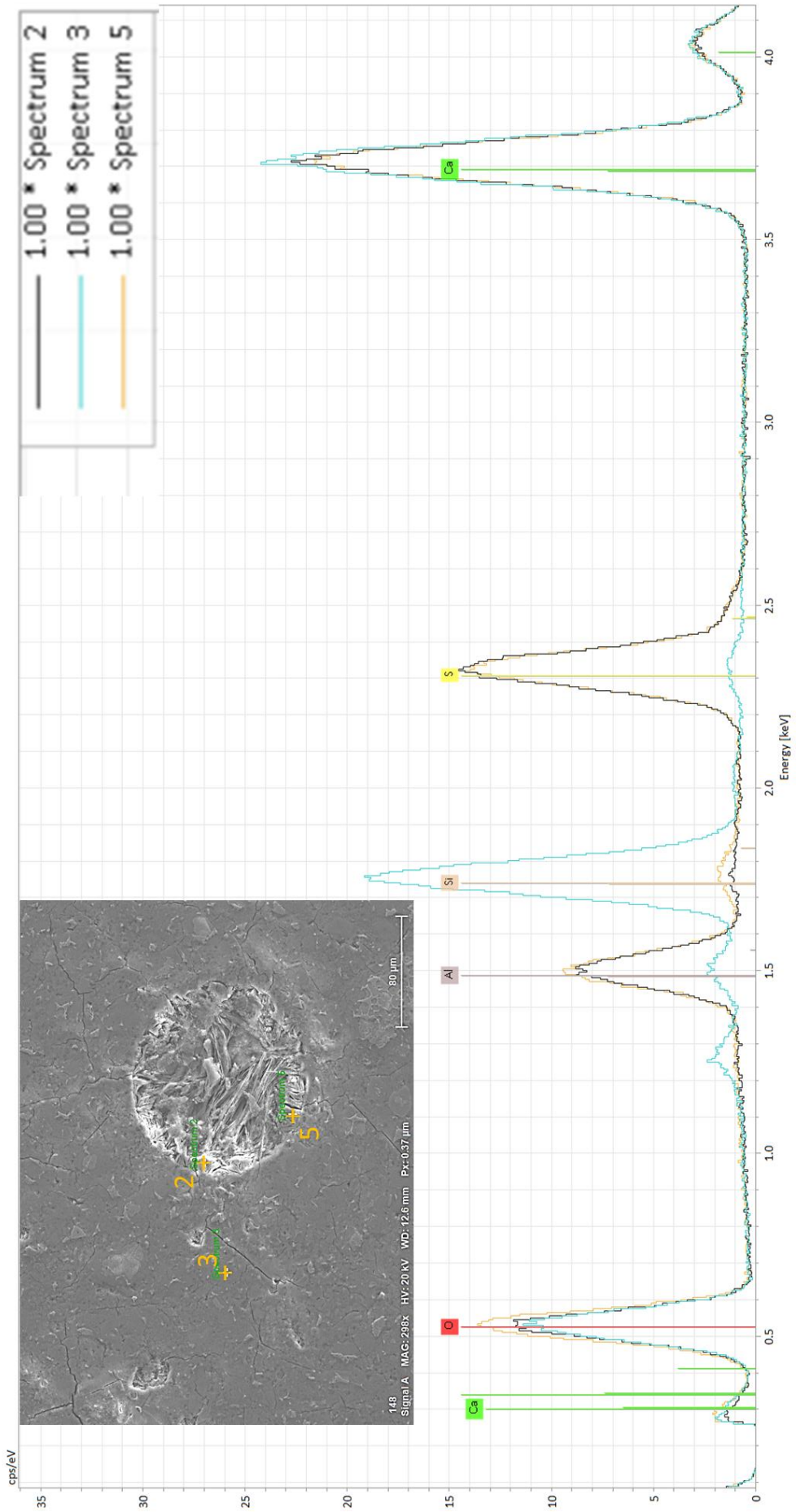


Figure VII.30 Images MEB de la précipitation d'ettringite différée au niveau des pores sous forme massive et d'aiguilles.





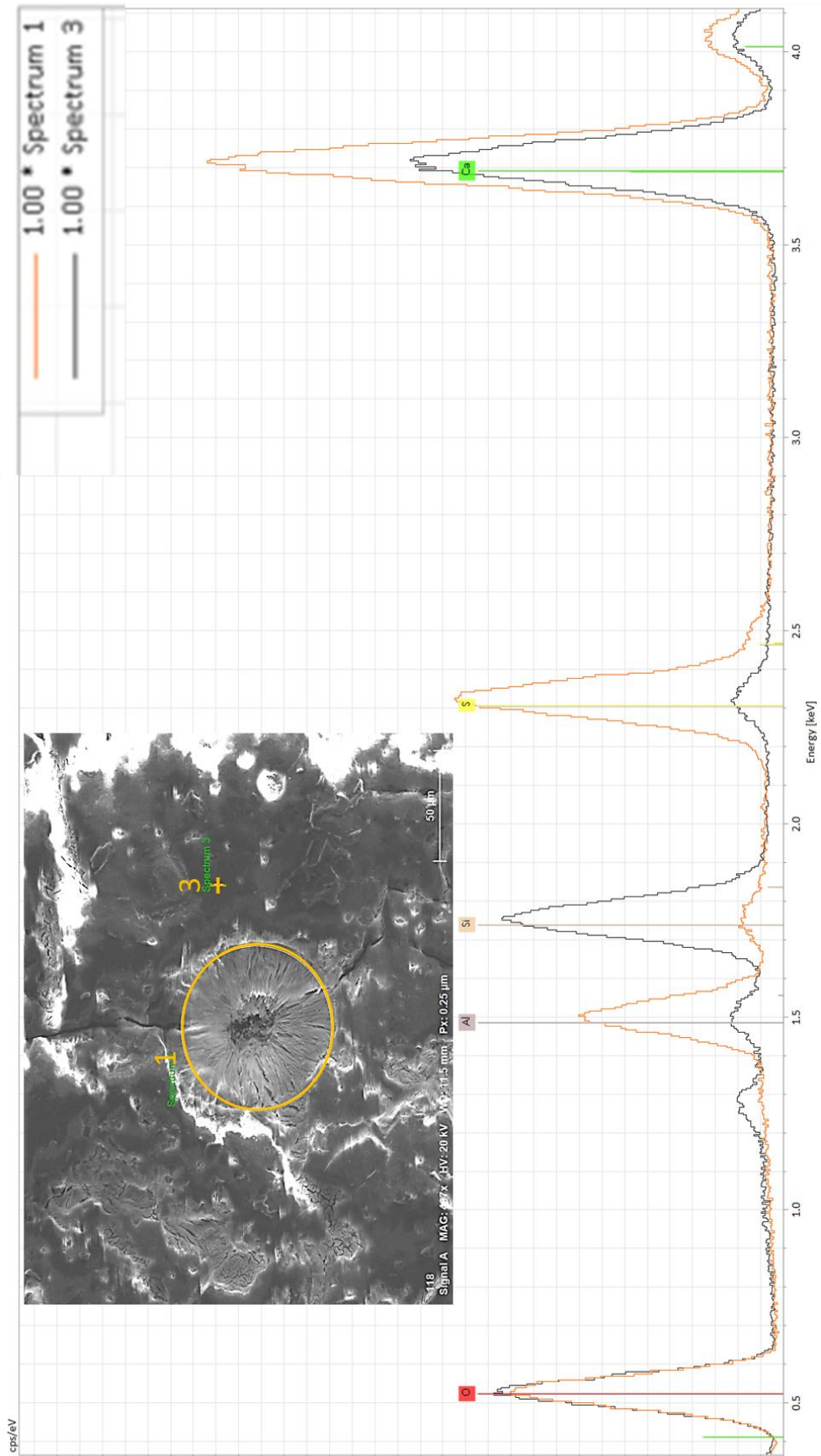
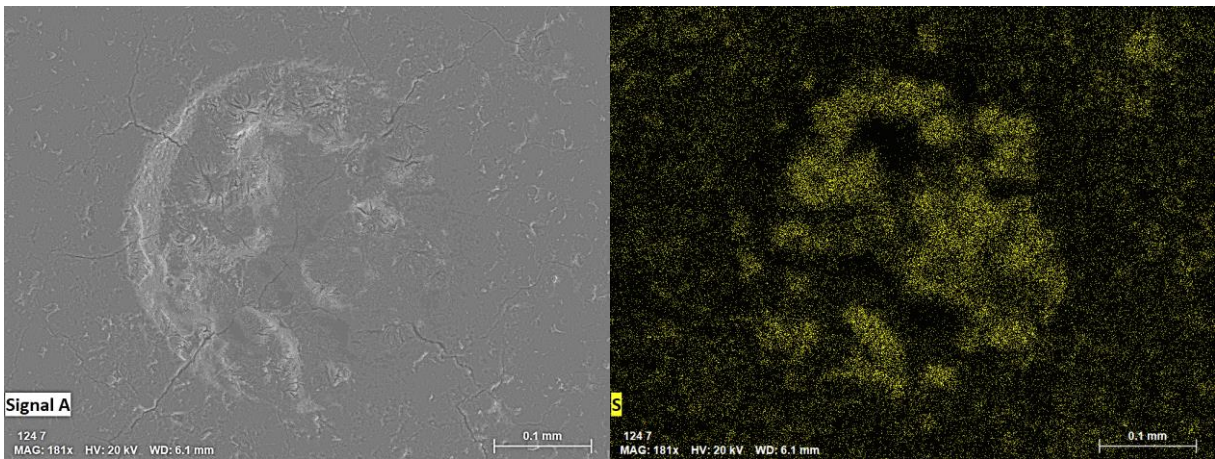
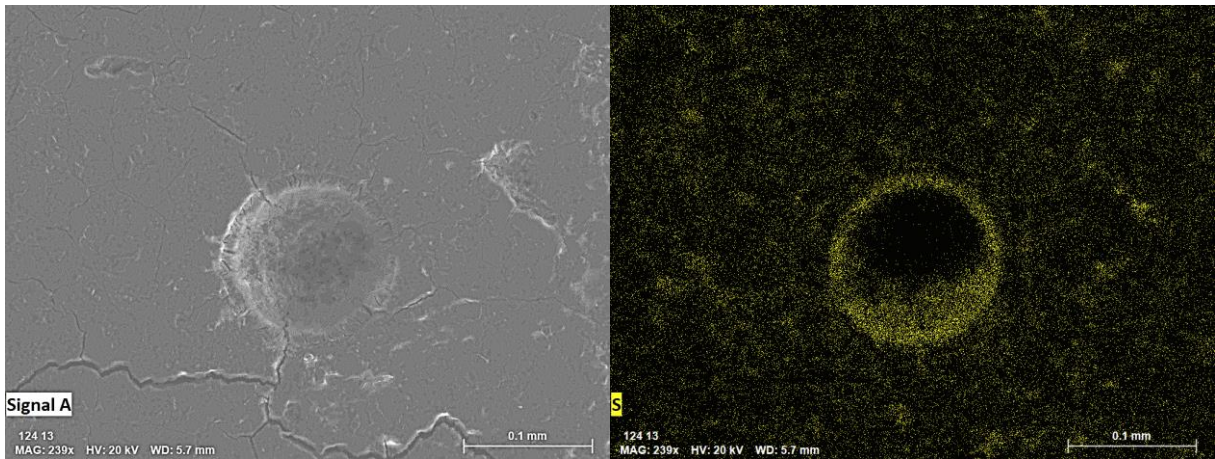
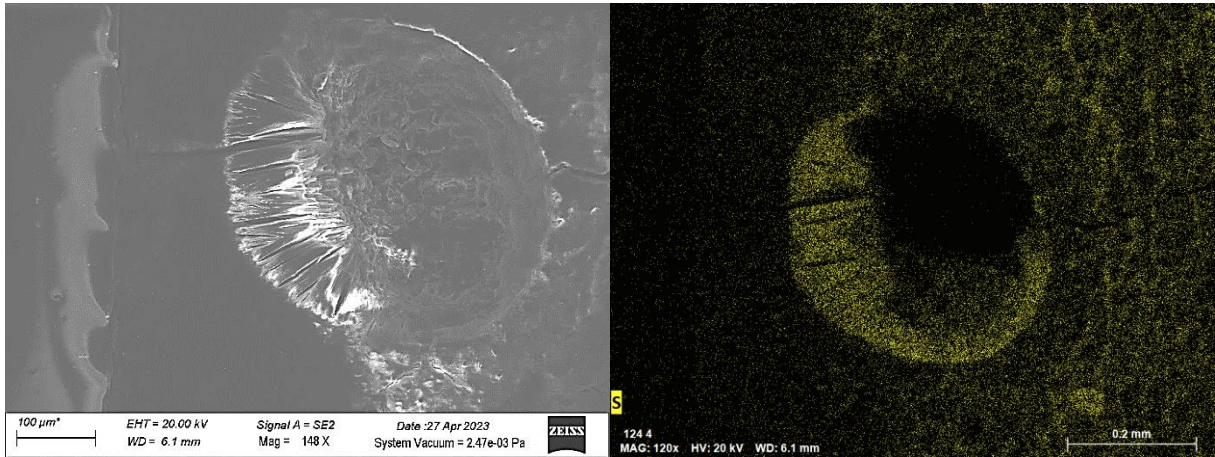


Figure VII.31 Spectres obtenus par l'analyse EDS des pores remplis d'ettringite différée.





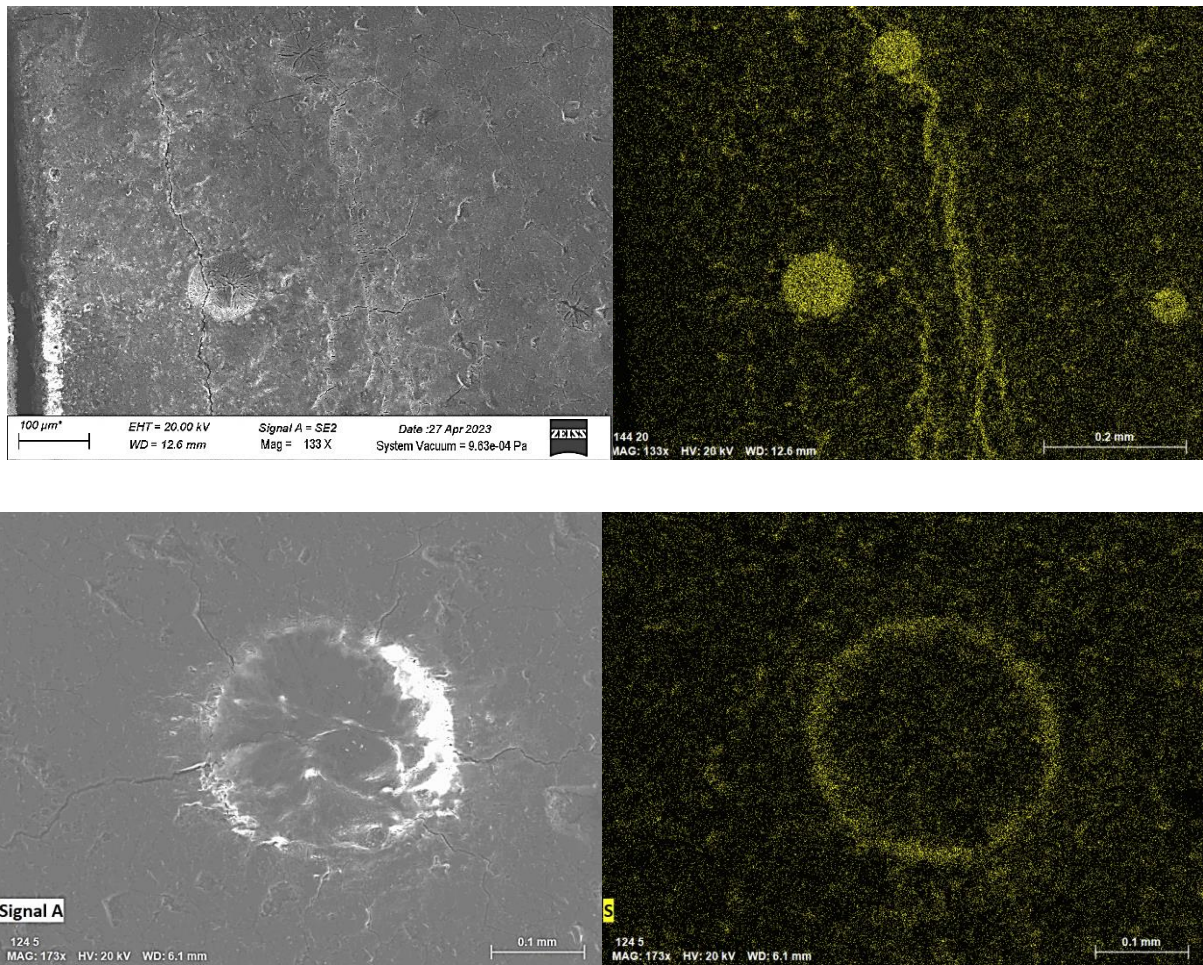
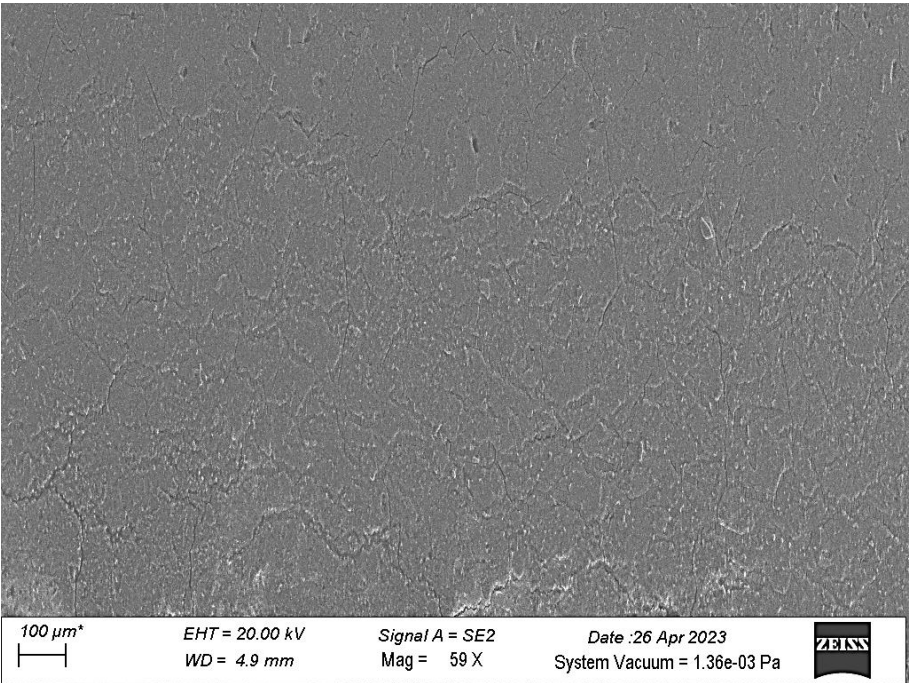
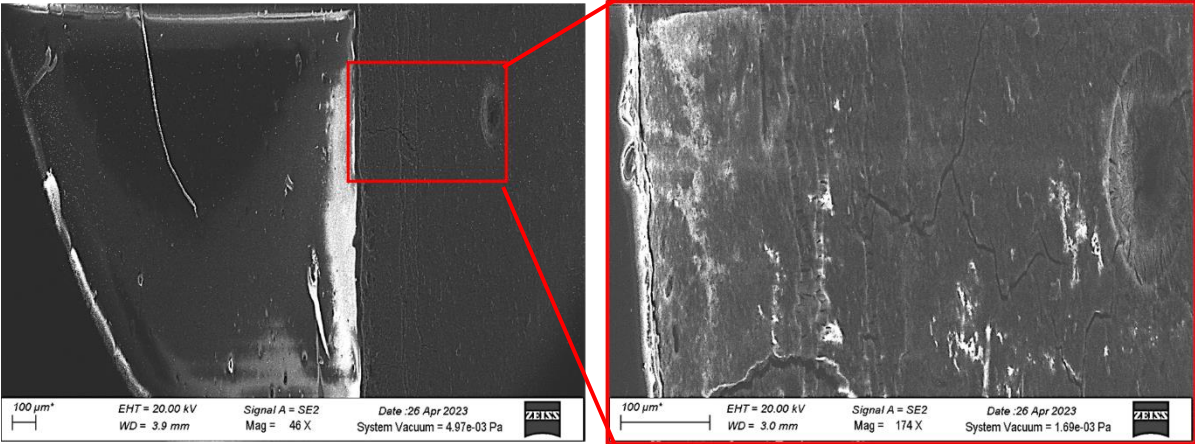
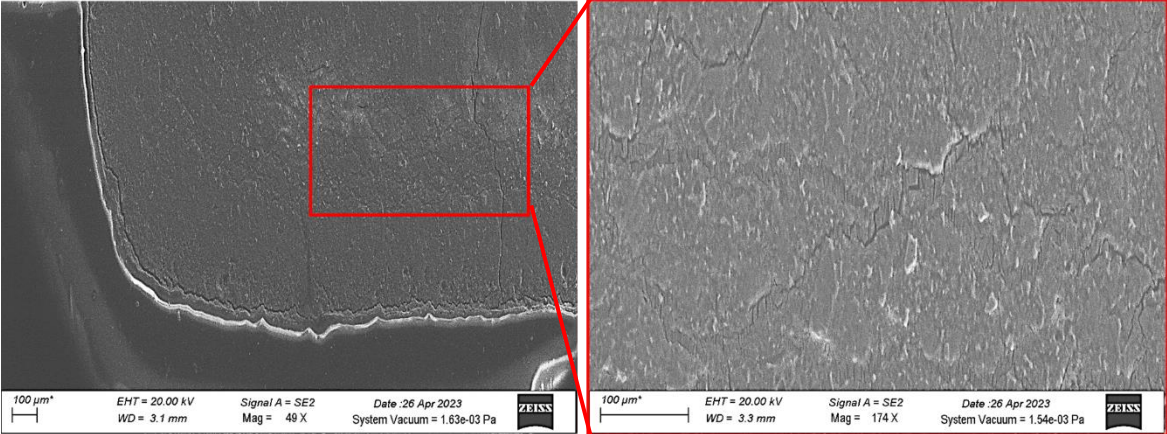


Figure VII.32 Analyse chimique des pores remplis d'ettringite. A gauche, images MEB réelle. À droite, analyses chimiques des phases sulfate (S).

VII.11.1.2 Zones des bords



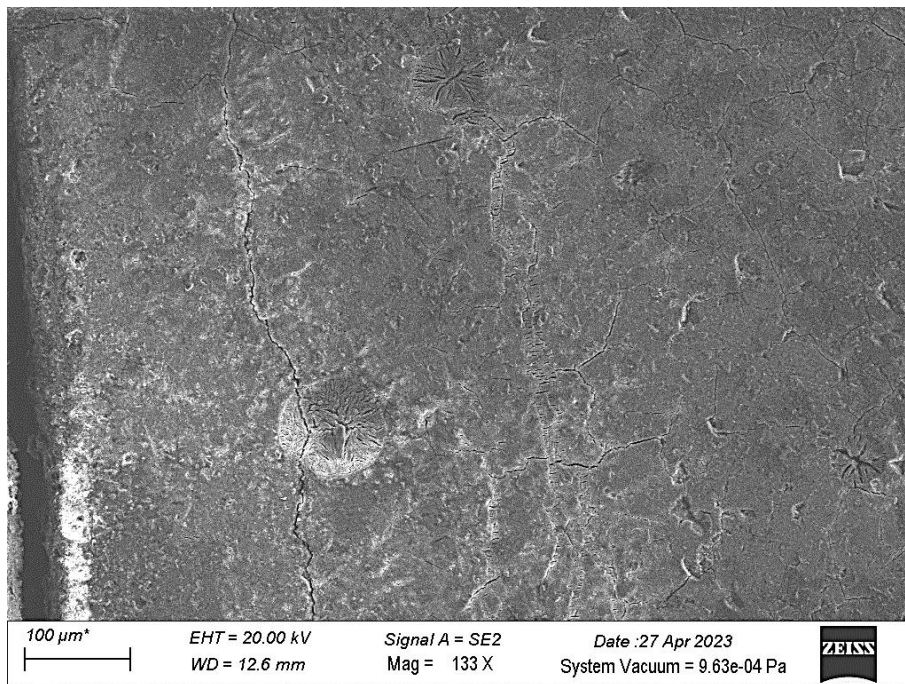
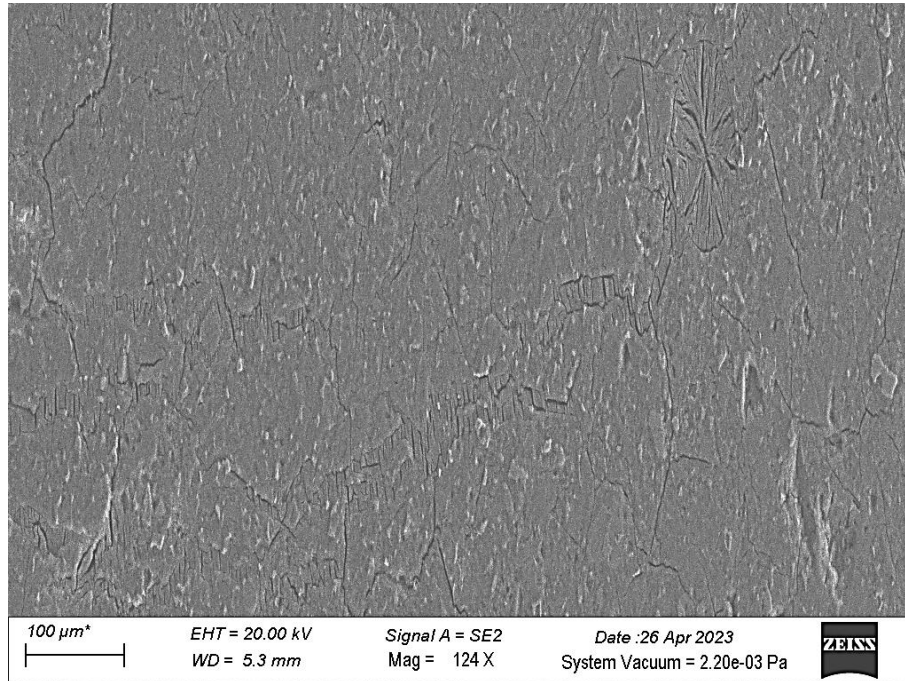


Figure VII.33 Images MEB de la précipitation d'ettringite différée au niveau des bords dégradés.

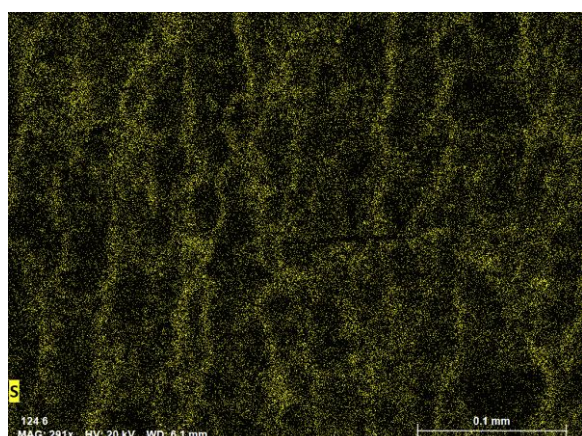
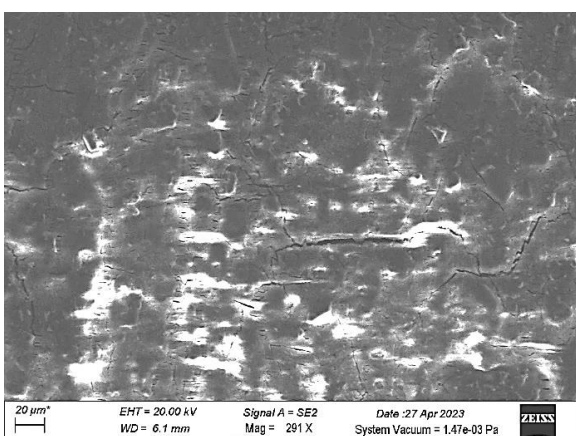
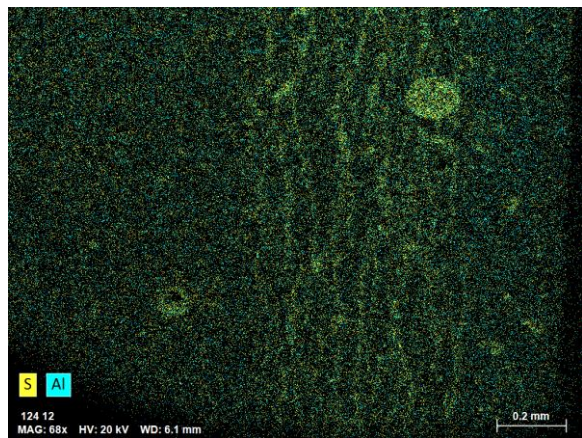
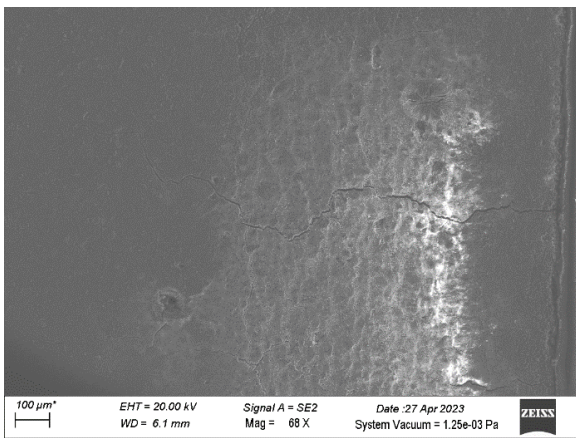
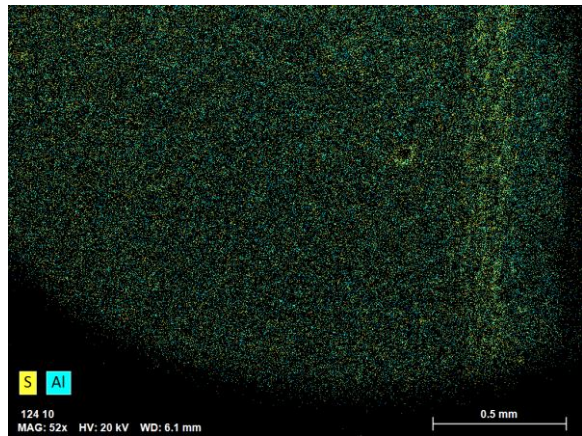
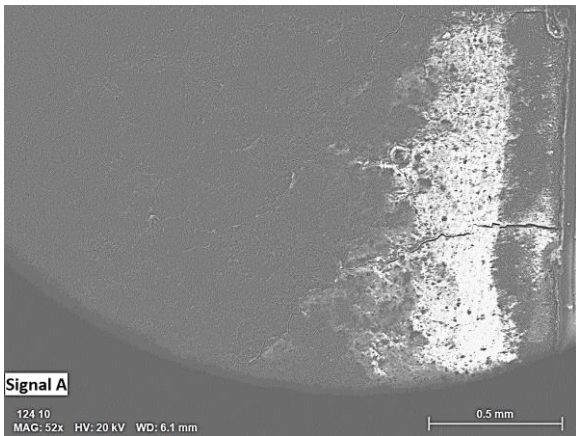
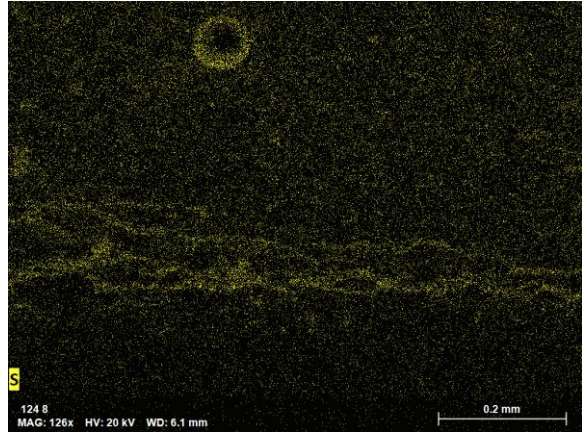
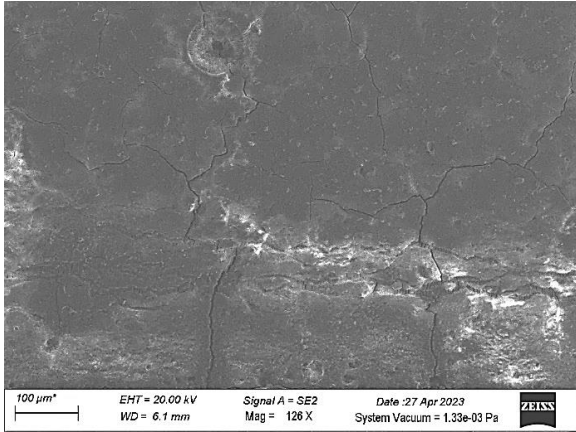


Figure VII.34 Analyse chimique des bords. A gauche, images MEB réelle. À droite, analyses chimiques des phases sulfate (S) et aluminates (Al).

### VII.11.2 Fracture Fraîche

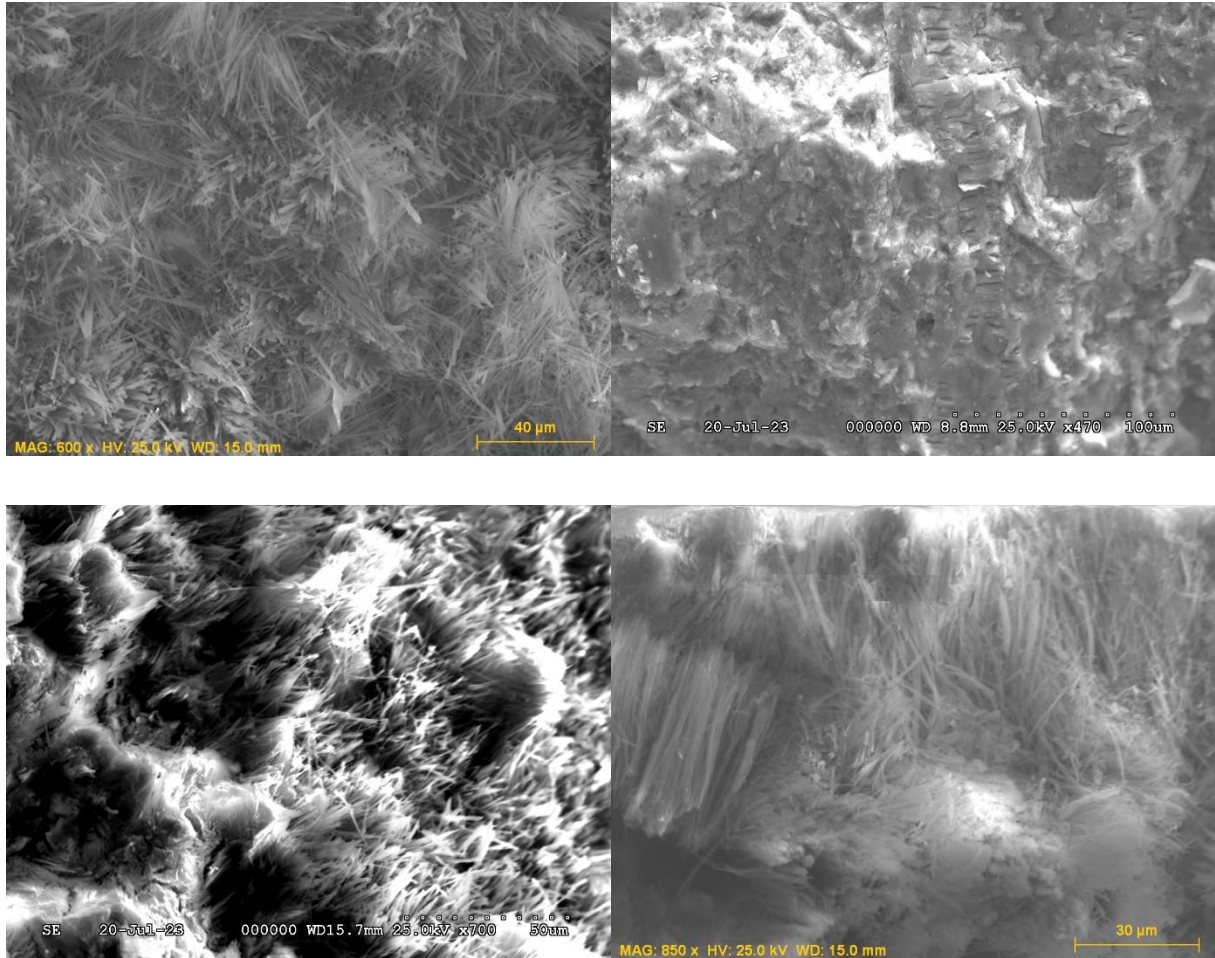


Figure VII.35 Image MEB d'ettringite détecté sur fracture fraîche.

### VII.11.3 Micro-Tomographe ( $\mu$ CT)

La Figure VII.36 illustre l'évolution des faciès de fissuration sur des projections (X, Y, Z (voir Figure VI.12)) dans le volume 3D des échantillons de pâte de ciment à 10 mois de conservation.

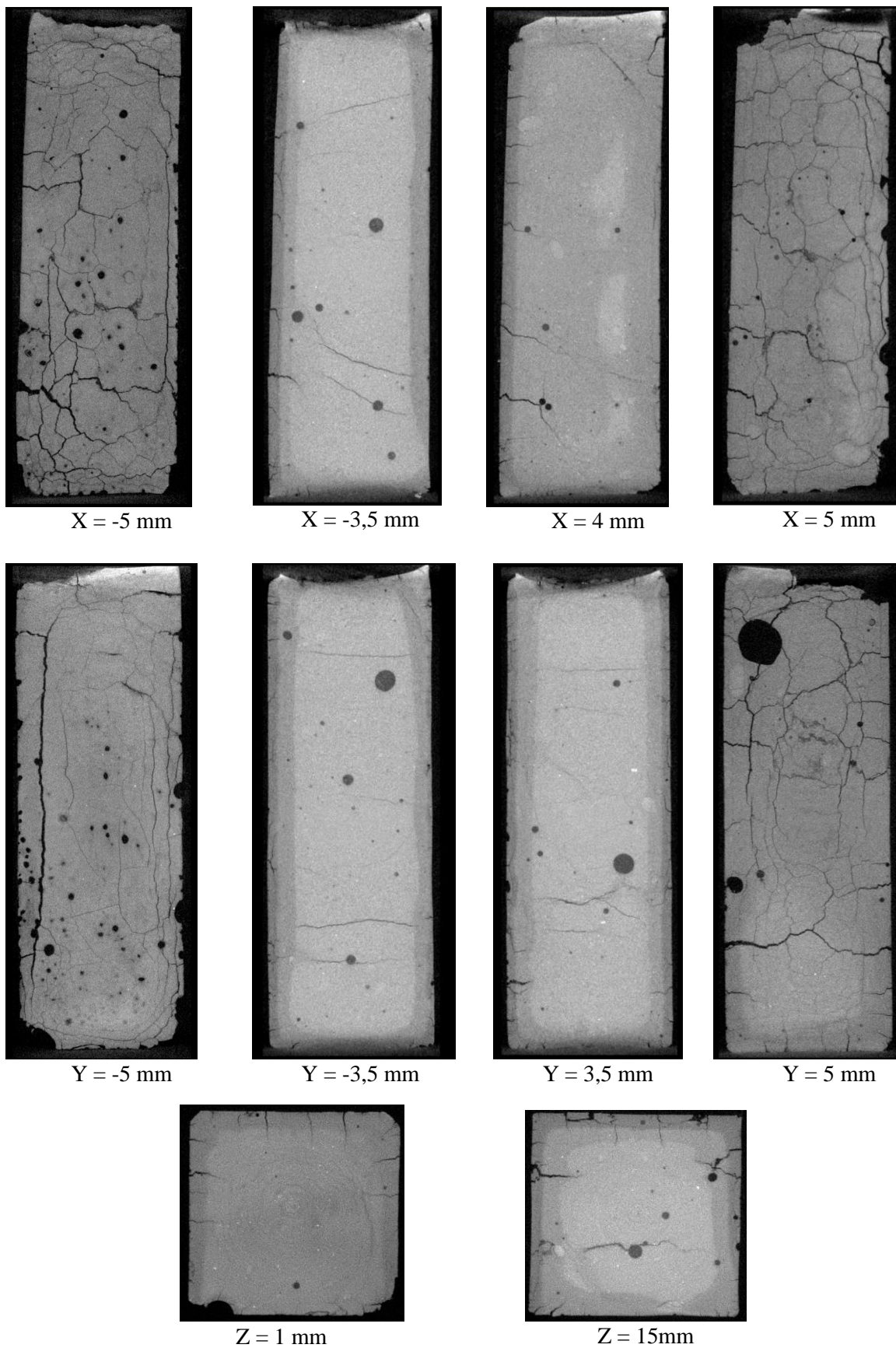


Figure VII.36 Section des scans microtopographies d'un échantillon de pâte de ciment RSI à 10 mois de dégradation.





## VIII. Références

- [1] (PDF) Carbon Dioxide Uptake by Cement-Based Materials: A Spanish Case Study. Available from: [https://www.researchgate.net/publication/338371313\\_Carbon\\_Dioxide\\_Uptake\\_by\\_Cement-Based\\_Materials\\_A\\_Spanish\\_Case\\_Study](https://www.researchgate.net/publication/338371313_Carbon_Dioxide_Uptake_by_Cement-Based_Materials_A_Spanish_Case_Study) [accessed Oct 26 2022].
- [2] Adenot, F. (1992). Durabilité du béton : caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du ciment. Thèse de doctorat, Orléans.
- [3] Aitcin, P.C. (2003). The durability characteristics of high performance concrete: a review. *Cement and concrete composites*, 25(4-5), 409-420.
- [4] Akçaoğlu, T., Tokyay, M. & Çelik, T. (2002). Effect of coarse aggregate size on interfacial cracking under uniaxial compression. *Materials Letters*. 57. 828-833. 10.1016/S0167-577X(02)00881-9.
- [5] Al Shamaa, M. (2012). Etude du risque de développement d'une réaction sulfatique interne et de ses conséquences dans les bétons de structure des ouvrages nucléaires. Thèse de doctorat, Université Paris Est - LCPC Paris.
- [6] Al Shamaa, M., Lavaud, S., Divet, L., Colliat, J. B., Nahas, G. & Torrenti, J. M. (2016). Influence of limestone filler and of the size of the aggregates on DEF. *Cement and Concrete Composites*, 71, 175-180.
- [7] Al Shamaa, M., Lavaud, S., Divet, L., Nahas, G. & Torrenti, J.-M. (2014). Coupling between mechanical and transfer properties and expansion due to DEF in a concrete of a nuclear power plant. *Nuclear engineering and design*, 266, 70-77.
- [8] Al Shamaa, M., Lavaud, S., Divet, L., Nahas, G. & Torrenti, J. (2015). Influence of relative humidity on delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Composites*, 58, 14-22.
- [9] Alam, S. Y., Loukili, A. & Grondin, F. (2012). Monitoring size effect on crack opening in concrete by digital image correlation. *European Journal of Environmental and Civil Engineering* 16, 1-19.
- [10] Alexander, K. M., Gilbert, D. J. & Wardlaw, J. (1968). Aggregate-cement bond, cement paste strength and the strength of concrete.
- [11] Arrea, M. (1982). Mixed mode crack propagation in mortar and concrete. Report No. 81-13, Department of Structural Engineering.
- [12] Asamoto, S., Murano, K., Kurashige, I. & Nanayakkara, A. (2017). Effect of carbonate ions on delayed ettringite formation. *Construction and Buildings Materials*, 147, 221-226
- [13] Aubert, J. E., Escadeillas, G. & Leklou, N. (2009). Expansion of five-year-old mortars attributable to DEF: Relevance of the laboratory studies on DEF. *Construction and Building Materials*, 23(12), 3583-3585.
- [14] B. Godart & L. Divet. Lessons learned from structures damaged by delayed ettringite formation and the French prevention strategy. Technical report, Université Paris-Est, IFSTTAR, 2013.
- [15] Baghdadi, N. (2008). Modélisation du couplage chimico-mécanique d'un béton atteint d'une réaction sulfatique interne. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- [16] Ballatore, E., Carpinteri, A., Ferrara, G. & Melchiorri, G. (1990). Mixed mode fracture energy of concrete. *Engineering Fracture Mechanics*, 35(1-3), 145-157.

- [17] Barbarulo, R. et al. (2005). Delayed ettringite formation symptoms on mortars induced by high temperature due to cement heat of hydration or late thermal cycle. In: *Cement and Concrete Research* 35(1), p. 125-131.
- [18] Barbarulo, R., Peycelon, H., Prené, S. & Marchand, J. (2005). Delayed ettringite formation symptoms on mortars induced by high temperature due to cement heat of hydration or late thermal cycle. *Cement and concrete research*, 35(1), 125-131.
- [19] Barenblatt, G. I. (1962). The Mathematical Theory of Equilibrium of Crack in Brittle Fracture. *Advances in applied mechanics*, 7, 55-129.
- [20] Barnes, B. D., Diamond, S. & Dolch, W. L. (1978). The contact zone between portland cement paste and glass “aggregate” surfaces. *Cement and Concrete Research*, 8(2):233–243.
- [21] Baroghel-Bouny, V. (1994). Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances. Thèse de doctorat, Ecole nationale des Ponts et Chaussées.
- [22] Bazant, Z. P. & Pfeiffer, P. A. (1985, April). Test of shear fracture and strain-softening in concrete. In *Proceedings of the 2<sup>nd</sup> Symposium on the Interaction of Non-Nuclear Munitions with Structures*, April (pp. 15-19).
- [23] Bažant, Z. P. & Pfeiffer, P. A. (1986). Shear fracture tests of concrete. *Materials and structures*, 19, 111-121.
- [24] Bažant, Z. P. & Planas, J. (1998). *Fracture and size effect in concrete and other quasi brittle materials*. Boca Raton: CRC press.
- [25] Bažant, Z. P., Tabbara, M. R., Kazemi, M. T. & Pijaudier-Cabot, G. (1990). Random particle model for fracture of aggregate or fiber composites. *Journal of engineering mechanics*, 116(8), 1686-1705.
- [26] Beaudoin, J.J., Catinaud, S. & Marchand, J. (1992). Volume stability of calcium hydroxide in aggressive solutions. *Cement and Concrete Research*, 2001, 31,149-151, Adenot.
- [27] Béjaoui, S., Bary, B., Nitsche, S., Chaudanson, D. & Blanc, C. (2006). Experimental and modeling studies of the link between microstructure and effective diffusivity of cement pastes. *Revue Européenne de Génie Civil*, p 10 :9 : 1073-1106.
- [28] Benboudjema, F (2002). Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitations biaxiales. Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs des centrales nucléaires. Thèse de doctorat, Université de Marne-La-Vallée.
- [29] Bentz, D. & Garboczi, E. J. (1991). A Digitized Simulation Model for Microstructural Development. *Advances in cementitious materials - Ceramics Transactions*, 16:211-226.
- [30] Bertin, M. (2017). Impact du séchage au jeune âge sur la carbonatation des matériaux cimentaires avec additions minérales. Thèse de doctorat, Université Paris-Est-Marne-La-Vallée.
- [31] Bhargava, J. & Rehnström, A. (1975) High speed photography for fracture studies of concrete. *Cement and Concrete Research*, 5, 239-248.
- [32] Bichet, L. (2017). Mécanisme de transports dans la fissuration des matériaux hétérogènes : application à la durée de vie d’exploitation des centrales nucléaires. Thèse de doctorat, Université de Montpellier.
- [33] Biolzi, L. (1990). Mixed mode fracture in concrete beams. *Engineering Fracture Mechanics*, 35(1-3), 187-193.

- [34] Blal, N. (2013). Modélisation Micromécanique et identification Inverse de l'Endommagement par Approches Cohésives. Thèse de doctorat, Université de Montpellier.
- [35] Blal, N., Daridon, L., Monerie, Y. & Pagano, S. (2012). Artificial compliance inherent to the intrinsic cohesive zone models: criteria and application to planar meshes. *International Journal of Fracture*, 178 :71-83.
- [36] Bocca, P., Carpinteri, A. & Valente, S. (1990). Size effects in the mixed mode crack propagation: softening and snap-back analysis. *Engineering Fracture Mechanics*, 35(1-3), 159-170.
- [37] Bocca, P., Carpinteri, A. & Valente, S. (1991). Mixed mode fracture of concrete. *International Journal of Solids and Structures*, 27(9), 1139-1153.
- [38] Bocciarelli, M. & Bolzon, G. (2007). Indentation and imprint mapping for the identification of constitutive parameters of thin layers on substrate: perfectly bonded interfaces. *Materials Science and Engineering: A*, 448(1-2), 303-314.
- [39] Bourdette, B., Ringot, E. & Ollivier, J.P. (1995). Modelling of the Transition Zone Porosity. *Cement and Concrete Research*, 25, pp. 741-751.
- [40] Bouzabata, H., Multon, S., Sellier, A. & Houari, H. (2012). Effects of restraint on expansion due to delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Research*, 42, 1024-1031.
- [41] Brunetaud, X. (2005). Etude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton, thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Paris, 265 p.
- [42] Brunetaud, X., Linder, R., Divet, L., Duragrin, D. & Damidot, D. (2007). Effect of curing conditions and concrete mix design on the expansion generated by delayed ettringite formation. *Materials and Structures*, 40(6), 567-578.
- [43] C.-D. Lawrence (1995). Delayed ettringite formation: an issue? *Material Science of Concrete*, 4 :113-154.
- [44] Caballero, A., López, C. M. & Carol, I. (2006). 3D meso-structural analysis of concrete specimens under uniaxial tension. *Computer methods in applied mechanics and engineering*, 195(52), 7182-7195.
- [45] Camacho, G. T. & Ortiz, M. (1996). Computational modelling of impact damage in brittle materials. *International Journal of Solids and Structures*, 33(20-22):2899-2938.
- [46] Carpinteri, A., Valente, S., Ferrara, G. & Melchiorri, G. (1993). Is mode II fracture energy a real material property. *Computers & structures*, 48(3), 397-413.
- [47] Castella, C. (2011), Les différentes observations au microscope électronique à balayage dans le cadre des expertises des pathologies du béton, 36p.
- [48] Chanvillard, G., "Le matériau béton : connaissances générales", Lyon, ALEAS Editeur, 1999.
- [49] Carpinteri, A. & Lacidogna, G. (2003) Damage diagnostic in concrete and masonry structures by acoustic emission technique. *Automatic Control and Robotics* 3, 755-764.
- [50] Chan, N. (2021). Étude de la variabilité expérimentale et modélisation discrète du comportement des matériaux cimentaires : effet combiné du séchage et d'un chargement mécanique. Thèse de Doctorat, Université Paris-Saclay.

- [51] Chen, S., Zeng, J., Zhang, M., Ji, J., Li, L. & Tian, F. (2022). Fracture of soft materials with interfaces: Phase field modeling based on hybrid ES-FEM/FEM. *Engineering Fracture Mechanics*, 276, 108892.
- [52] Chinese dominance of global cement production set to decline | Aggregates Business (aggbusiness.com).
- [53] Ciment Mur La Lixiviation - Photo gratuite sur Pixabay – Pixabay, <https://pixabay.com/fr/photos/ciment-mur-la-lixiviation-b%C3%A9ton-2729630/>
- [54] Colas, J. (2012). Étude de la valorisation des déblais de chantiers de tunnels en granulats à béton. Thèse de doctorat, Université Paris-Est.
- [55] Constantinides, G. & Van Vliet K. (2003). On the use of nanoindentation for cementitious materials. *Materials and Structures*, 36(257),191-196.
- [56] Crumbie, A.K. & Laugesen, P. (2004). The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete, *Interface Sci.* 12, 411–421.
- [57] Damidot, D. & F.P. Glasser (1993). Thermodynamic investigation of the  $\text{CaOAl}_2\text{O}_3\text{-CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$  system at 25°C and the influence of  $\text{Na}_2\text{O}$ . *Cement and Concrete Research*, 23, 221-238.
- [58] Day, R. L. (1992). The effect of secondary ettringite formation on the durability of concrete: a literature analysis (No. RD108T).
- [59] De Sa, C. (2007). Etude hydro-mecanique et thermo-mecanique du beton. Thèse de doctorat, ENS Cachan.
- [60] Delaume, É. (2017). Méthode de raffinement local adaptatif multi-niveaux pour la fissuration des matériaux hétérogènes. Thèse de doctorat, Université de Montpellier.
- [61] Diamond, S. (2004). Delayed ettringite formation: A current assessment, Internal Sulfate Attack and Delayed Ettringite Formation. In: *Proceedings of the International RILEM TC 186-ISA Workshop*, PRO 35.
- [62] Divet L., (1998), Existe-t-il un risque de développement d’une activité sulfatique endogène dans les pièces de béton de grande masse ? Le cas du pont d’Ondes (Haute- Garonne), *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 213, 59-72.
- [63] Divet, L. (2001). Les réactions sulfatiques internes au béton : contribution à l’étude des mécanismes de la formation différée de l’ettringite. *Ouvrage d’art OA 40, 227* : Laboratoire Central des Ponts et Chaussées.
- [64] Du, X., Jin, L. & Ma, G. (2014). Numerical simulation of dynamic tensile-failure of concrete at meso-scale. *International Journal of Impact Engineering*, 66, 5-17.
- [65] Dubois, F., Jean, M., Renouf, M., Mozul, R., Martin, A. & Bagneris, M. (2011). LMGC90, 10<sup>ème</sup> colloque national en calcul des structures, Giens.
- [66] Dugdale, D. S. (1960). Yielding of steel sheets containing slits. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 8(2) : 100–104.
- [67] Elat Assoua Moukete, E. (2021). Formulation, microstructure, durabilité et comportement mécanique du béton à base de sable de carrière combiné au sable alluvionnaire. Génie civil. Thèse de doctorat, Cergy Paris Université , Université de Yaoundé I.

- [68] El Bitouri, Y., Jamin, F., Péliou, C. & El Youssoufi, M. S. (2017). Tensile and shear bond strength between cement paste and aggregate subjected to high temperature. *Materials and Structures*, 50, 1-9.
- [69] Elices, M., Guinea, G.V., Gomez, J. & Planas, J. (2002). The cohesive zone model: advantages, limitations and challenges. *Engineering fracture mechanics*, 69(2), 137-163.
- [70] 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. *Cement and concrete research*, 33(11), 1837-1849.
- [71] Erarslan, N. (2013). A Study on the Evaluation of the Fracture Process Zone in CCNBD Rock Samples. *Experimental mechanics*, 53, 1475-1489.
- [72] Escadeillas, G., Aubert, J. E., Sergerer, M. & Prince, W. (2007). Some factors affecting delayed ettringite formation in heat-cured mortars. *Cement and Concrete Research*, 37, 1445-1452.
- [73] Evesque, P. (2005). Fluctuations, correlation and representative elementary volume (REV) in granular materials. arXiv preprint cond-mat/0506385.
- [74] Fabbri, A. (2006). Physico-mécanique des matériaux cimentaires soumis au gel-dégel. Thèse de doctorat, Université de Marne la Vallée.
- [75] Famy, C, Scrivener, K. L. & Brough, A.R. (2002). Role of microstructural characterisation in understanding the mechanism of expansion due to delayed ettringite

formation. In: International RILEM TC 186-ISA workshop on Internal Sulfate Attack and Delayed Ettringite Formation, Villars, Switzerland.

- [76] Famy, C. & Taylor, H.F.W. (2001). Ettringite in hydration of Portland cement concrete and its occurrence in mature concretes, *ACI Materials Journal*, 98, 350-356.
- [77] Famy, C. (1999). Expansion of heat-cured mortars. PhD thesis. University of London.
- [78] Famy, C., Scrivener, K.L., Atkinson, A. & Brough, A.R. (2002). Effects of an early or a late heat treatment on the microstructure and composition of inner C-S-H products of Portland cement mortars. *Cement and Concrete Research*, 32(2), 269- 278.
- [79] Fedele, R., Raka, B., Hild, F. & Roux, S. (2009). Identification of adhesive properties in GLARE assemblies using digital image correlation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 57(7), 1003-1016.
- [80] Ferreira, M. D., Venturini, W. S. & Hild, F. (2011). On the analysis of notched concrete beams: From measurement with digital image correlation to identification with boundary element method of a cohesive model. *Engineering Fracture Mechanics*, 78(1), 71-84.
- [81] Francfort, G.A, & Marigo, J. J. (1998). Revisiting brittle fracture as an energy minimization problem. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46(8), 1319-1342.
- [82] Fu, Y. (1996). Delayed Ettringite Formation in Portland Cement Products. PhD thesis. CNRC, Ottawa, Canada.
- [83] Fu, Y., Ding, J. & Beaudoin, J. J. (1997). Expansion of Portland Cement Mortar due to Internal Sulfate Attack. *Cement and Concrete Research*, 27, 1299-1306.
- [84] Garboczi, E.J. & Bentz, D.P. (1996). Modelling of the microstructure and transport properties of concrete, *Construction and Building Materials*, vol. 10, n°5, p 293-300.
- [85] García, V.O, Gettu, R. & Carol, I. (2000). Numerical analysis of mixed mode fracture in concrete using interface elements, *European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering*, Barcelona, Spain.
- [86] Genin, C. (2009). La loi de Le Chatelier (1884). BibNum.
- [87] Giannini, E., Sanchez, L., Tuinukuafe, A. & Folliard, K. (2018). Characterization of concrete affected by delayed ettringite formation using the stiffness damage test. *Construction and Building Materials*, 162, 253-264.
- [88] Girboveanu, A., Jebli, M., Jamin, F., Huon, V., Georgescu, D., & El Yousoufi, M. (2018). Caractérisation expérimentale des propriétés chimio-mécanique de l'interphase pâte de ciment-granulat par MEB et nano-indentation. RUGC. Saint-Etienne.
- [89] Godart, B. & Divet, L. (2013). Lessons learned from structures damaged by delayed ettringite formation and the French prevention strategy. Technical report, Université Paris-Est, IFSTTAR.
- [90] Godart, B. & Le Roux, A. (2008). Alkali-réaction dans les structures en béton : Mécanisme, pathologie et prévention. *Techniques de l'Ingenieur*, 19p.
- [91] Graf, L. (2007). Effect of relative humidity on expansion and microstructure of heat-cured mortars. RD139, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, 50.

- [92] Grattan-Bellew, P.E., Beaudoin, J.J., & Vallée, V.G. (1998). Effect of aggregate particle size and composition on expansion of mortar bars due to delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Research*, 28(8) :1147-1156.
- [93] Griffith, A. (1920). The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical transactions of the royal society of london. Series A, containing papers of a mathematical or physical character*, 221(582-593), 163-198.
- [94] 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, *Construction and Building Materials* 46, 156-166.
- [95] Guihard, V., Sanahuja, J. & Taillade, F. (2017, August). Prédiction de la teneur en eau de matériaux cimentaires par application d'un processus d'homogénéisation aux propriétés

électromagnétiques du milieu. In CFM 2017-23ème Congrès Français de Mécanique. AFM, Maison de la Mécanique, 39/41 rue Louis Blanc-92400 Courbevoie.

- [96] Gustafson, P.A. & Waas, A.M. (2009). The influence of adhesive constitutive parameters in cohesive zone finite element models of adhesively bonded joints. *Int. J. Solids Struct.* 46 (10), 2201-2215.
- [97] Guo, Z.K., Kobayashi, A.S. & Hawkins, N.M. (1994a). Mixed modes I and II concrete fracture: an experimental analysis, *Journal of Applied Mechanics* 61, 815–821.
- [98] Guo, Z.K., Kobayashi, A.S. & Hawkins, N.M. (1994b). Fracture process zone in mixed mode dynamic fracture of concrete, *Fracture and Damage in Quasi brittle Structures*, pp. 217-229.
- [99] Gurtin, ME. (1979). Thermodynamics and the griffith criterion for brittle fracture. *International Journal of Solids and Structures*, 15(7), 553-560.
- [100] Hadjab, S. H., Chabaat, M. & Thimus, J. F. (2007) Use of scanning electron microscope and the non-local isotropic damage model to investigate fracture process zone in notched concrete beams. *Experimental Mechanics* 47, 473-84.
- [101] Haekerd, C.-J, Garboczia, 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. *Cement and Concrete Research.*, p 35 : 1948- 1960.
- [102] Hanehara, S., Oyamada, T. & Fujiwara, T. (2008). Reproduction of delayed ettringite formation in concrete and its mechanism. In *International Conference on Microstructure Related Durability of Cementitious Composites* (pp. 143-152). RILEM Publications.
- [103] Hanehara, S. & Oyamada, T. (2010). Reproduction of delayed ettringite formation (DEF) in concrete and relationship between DEF and alkali silica reaction. *Monitoring and Retrofitting of Concrete Structures-BH Oh, et al.(eds)*, Korea Concrete Institute, Seoul.
- [104] Hansen-Dörr, A. C., de Borst, R., Hennig, P. & Kästner, M. (2019). Phase-field modelling of interface failure in brittle materials. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 346, 25-42.
- [105] Hartman, M.R. & Berliner, R. (2006). Investigation of the structure of ettringite by time-of-flight neutron powder diffraction techniques. *Cement and Concrete Research*, 36, 364-370.
- [106] Hashin, Z. & Shtrikman, S. (1963). A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(2), 127-140.
- [107] Hassanzadeh, M. (1992). Behaviour of fracture process zones in concrete influenced by simultaneously applied normal and shear displacements, Ph. D. Thesis, Report TVBM-1010, Lund Institute of Technology.
- [108] Heinz, D. & Ludwig, U. (1987). Mechanism of secondary ettringite formation in mortars and concretes subjected to heat treatment. *Special Publication*, 100, 2059-2072.
- [109] Heinz, D., Kalde, M., Ludwig, U. & Ruediger, I. (1999). Present state of investigation on damaging late ettringite formation (DLEF) in mortars and concretes. *Special Publication*, 177, 1-14.
- [110] Heinz, D., Ludwig, U. & Rudiger, I. (1989). Delayed ettringite formation in heat treated mortars and concretes. *Concrete Precasting Plant and Technology*, 11, 56-61.



- [111] Hillerborg, A., Modéer, M. & Petersson, P.-E. (1976). Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements. *Cement and Concrete Research* 6, 773-781.
- [112] Hime, W. G. (1996). Delayed ettringite formation-A concern for precast concrete? *PCI journal*, 41(4), 26-30.
- [113] Hime, W. G. & Marusin, S. L. (1999). Delayed ettringite formation: Many questions and some answers. *Special Publication*, 177, 199-206.
- [114] Honorio, T., Bary, B. & Benboudjema, F. (2016). Multiscale estimation of ageing viscoelastic properties of cement-based materials: A combined analytical and numerical approach to estimate the behaviour at early age. *Cement and Concrete Research*, p 87, 137- 155.
- [115] Hooton, R. D., Thomas, M. D. A. & Ramlochan, T. (2010). Use of pore solution analysis in design for concrete durability. *Advances in cement research*, 22(4), 203-210.
- [116] Huang, Y., Yang, Z., Ren, W., Liu, G. & Zhang, C. (2015). 3D meso-scale fracture modelling and validation of concrete based on in-situ X-ray Computed Tomography images using damage plasticity model. *International Journal of Solids and Structures*, 67, 340-352.
- [117] Husem, M. (2003). The effects of bond strengths between lightweight and ordinary aggregate mortar, aggregate-cement paste on the mechanical properties of concrete. *Materials Science and Engineering: A*, 363(1), 152-158.
- [118] Odler I. & Chen, Y. (1995). Effect of cement composition on the expansion of heat-cured cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 25(4) , 853-862.
- [119] Info Ciment : Les constituants des bétons et des mortiers. Collection Technique Cimbéton, 2005. <https://www.infociments.fr/sites/default/files/article/fichier/CTG10> . pdf.
- [120] Ingraffea, A. & Saouma, V. (1984). Numerical modelling of discrete crack propagation in reinforced and plain concrete. In: Sih G, Di Tommaso A, editors. *Fracture mechanics of concrete*. Dordrecht: Martinus Nijhoff Publishers. p. 171–225.
- [121] Iosipescu, N. (1967). New accurate procedure for single shear testing of metals, *Journal of Materials* 2, 537-566.
- [122] Irbe, L., Beddoe, R. E. & Heinz, D. (2019). The role of aluminium in CASH during sulfate attack on concrete. *Cement and Concrete Research*, 116, 71-80.
- [123] Jabbour, J. (2018). Méthodes d'essais de vieillissement accéléré des bétons à l'échelle des ouvrages. Thèse de doctorat, Université Paris Saclay.
- [124] Jacquot, P. & Fournier, J. M. (2000) *Interferometry in Speckle Light: Theory and Applications*. Springer, Berlin.
- [125] Jamin, F. (2020). Apport de l'expérimentation multi-physique et multi-échelle à l'étude de certaines pathologies d'ouvrages en géomatériaux. HDR, Université de Montpellier.
- [126] Jebli, M. (2017). Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat et application à la lixiviation. Thèse de doctorat, Université de Montpellier.
- [127] Jebli, M., Jamin, F., Garcia-Diaz, E., El Omari M. & El Youssoufi, M.S. (2016). Influence of leaching on the local mechanical properties of an aggregate-cement paste composite, *Cem. Concr. Compos.* 12 241-250.

- [128] Jebli, M., Jamin, F., Malachanne, E., Garcia-Diaz, E. & El Youssofi M.S. (2018). Experimental characterization of mechanical properties of the cement-aggregate interface in concrete. *Construction and Building Materials*, 161, p.16.

- [129] Jebli, M., Jamin, F., Pelissou, C., Lhopital, E. & El Youssoufi, M. S. (2021). Characterization of the expansion due to the delayed ettringite formation at the cement paste-aggregate interface. *Construction and Building Materials*, 289, 122979.
- [130] Jenq, Y. & Shah, S.P. (1988). Mixed-mode fracture of concrete, *International Journal of Fracture* 38, 123-142.
- [131] John, R. & Shah, S. P. (1990). Mixed-mode fracture of concrete subjected to impact loading. *Journal of Structural Engineering*, 116(3), 585-602.
- [132] Kamali, S., Keinde, D. & Bernard, F. (2014). Effect of aggregate type on the concrete matrix/aggregates interface and its influence on the overall mechanical behavior. A numerical study. In *Key Engineering Materials*, Switzerland, 617, 14-17.
- [133] Karihaloo, B.L., Carpinteri, A. & Elices, M. (1993). Fracture mechanics of cement mortar and plain concrete, *Advanced Cement Based Materials*, Volume 1, Issue 2, Pages 92-105, ISSN 1065-7355.
- [134] Kazemi, M. T. & VOSOUGHI, S. F. (2004). Mixed mode fracture of concrete: an experimental investigation.
- [135] Kchakech, B. (2015). Etude de l'influence de l'échauffement subi par un béton sur les risques d'expansions associées à la Réaction Sulfatique Interne du béton. Thèse de doctorat, Université Paris-Est.
- [136] Kchakech, B., Martin, R. P., Omikrine-Metalssi, O. & Toutlemonde, F. (2016). Risk of Delayed Ettringite Formation in Concrete Heated at a Mature Stage: Experimental Quantitative Evidence. In *Key Engineering Materials* (Vol. 711, pp. 287-294). Trans Tech Publications Ltd.
- [137] Keinde, D. (2014). Etude du béton à l'échelle mésoscopique : simulation numérique et tests de microindentation. Thèse de doctorat, INSA Rennes.
- [138] Kelham, S. (1996). The effect of cement composition and fineness on expansion associated with delayed ettringite formation. *Cement and Concrete composites*, 18(3), 171-179.
- [139] Kumar Mehta, P. & Monteiro, P. J.M. (2006). *Concrete Microstructure Properties and Materials*. Mcgraw-hill companies édition.
- [140] Lawrence, C.-D. (1995). Delayed ettringite formation: an issue. *Material Science of Concrete*, 4, 113\_154.
- [141] Lawrence, C.D. (1999). Long-term expansion of mortars and concretes, volume SP 177, chapter Ettringite the sometimes host of destruction. American Concrete Institute International, Farmington Hills, MI, USA, B. Erlin edition.
- [142] LCPC. (2007). *Recommandations pour la prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne*, guide technique, LCPC, Paris.
- [143] Le Roy, R. & De Larrad, F. (1994). A discussion on the paper "concrete: a three-phase material" by a.u. nilsen and p.j.m monteiro. *Cement and Concrete Research*, 24,189-193.
- [144] Leklou, N. (2008). Contribution à la connaissance de la réaction sulfatique interne. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier-Toulouse III.
- [145] Leklou, N., Aubert, J. E. & Escadeillas, G. (2013). Influence of various parameters on heat-induced internal sulphate attack. *European journal of environmental and civil engineering*, 17(3), 141-153.

- [146] Leklou, N., Nguyen, V. H. & Mounanga, P. (2017). The effect of the partial cement substitution with fly ash on Delayed Ettringite Formation in heat-cured mortars. *KSCE Journal of Civil Engineering*, 21, 1359-1366.
- [147] Leklou, N & Nguyen, V.H. & Mounanga, P. (2016). The effect of the partial cement substitution with fly ash on Delayed Ettringite Formation in heat-cured mortars. *KSCE Journal of Civil Engineering*. 21. 10.1007/s12205-016-0778-9.
- [148] Lhonneur, J. (2021). Approche par changement d'échelle du vieillissement des bétons : expérimentations et simulations numériques. Thèse de doctorat, Université de Montpellier.
- [149] Lhonneur, J., El Youssoufi, M.-S., Jamin, F., Monerie, Y. & Pélissou, C. (2022). Experimental Study of Concrete Normal Mode Cohesive behavior at the Centimeter Scale, 23 European Conference on Fracture - ECF23, 42 513-521.
- [150] Li, G., Le Bescop, P. & Moranville, M. (1996). Expansion Mechanism Associated with the Secondary Formation of the U Phase in Cement-Based Systems Containing High Amounts of Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. In: *Cement and Concrete Research* 26, pp. 195-201.
- [151] Locher, F.W., Richartz, W. & Sprung, S. (1976) 'Erstarren von Zement', *Zement Kalk Gips* 29 (10).
- [152] M.C., Lewis, Scrivener K.L. & Kelham S. (1995). Heat Curing and Delayed Ettringite Formation. In: *Materials Research Society Symposium Proceedings*, Boston, Massachusetts, pp. 67-76.
- [153] Maier, G., Bocciarelli, M. & Fedele, R. (2005). Some innovative industrial prospects centered on inverse analyses. *Courses Lectures–Int. Centre Mech. Sci.* 469, 55-93.
- [154] Makani, A. (2011). Influence de la nature minéralogique des granulats sur le comportement mécanique différé des bétons. Thèse de doctorat, Université de Toulouse - INSA de Toulouse.
- [155] Malbois, M. (2017). Influence de la nature pétrographique des granulats et de cycles de séchage sur le développement de la réaction sulfatique interne dans le béton. 23<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique. AFM, Maison de la Mécanique, Courbevoie.
- [156] Malbois, M. (2019). Analyse multi-échelle des déformations différées dans les matériaux cimentaires sous dessiccation ou réaction sulfatique interne. Thèse de doctorat, Université Paris Saclay.
- [157] Maleki, M., Rasoolan, I., Khajehdezfuly, A. & Jivkov, A. P. (2020). On the effect of ITZ thickness in meso-scale models of concrete. *Construction and Building Materials*, 258, 119639.
- [158] Martin, R. P. (2010). Analyse sur structures modèles des effets mécaniques de la réaction sulfatique interne du béton. Thèse de Doctorat, Université Paris-Est.
- [159] Mehta, P.K. (1973). Mechanism of expansion associated with ettringite formation. *Cement and concrete research*, 3(1), 1-6.
- [160] Mehta, P. K. & Monteiro, P. J. (2014). *Concrete: microstructure, properties, and materials*. McGraw-Hill Education.
- [161] Mielenz, R. C., Marusin, S. L., Hime, W. G. & Jugovic, Z. T. (1995). Investigation of prestressed concrete railway tie distress. *Concrete International*, 17(12), 62-68.

- [162] Mielniczuk, B., Jebli, M., Jamin, F., El Youssoufi, M.S., Pelissou, C. & Monerie, Y. (2016). Characterization of behavior and cracking of a cement paste confined between spherical aggregate particles, *Cem. Concr. Res.* 79, 235-242.
- [163] Mindess, S., Odler, I. & Skalny, J. (1986). Significance to concrete performance of interfaces and bond: challenges of the future. In *Proceedings of the 8th International Congress on the Chemistry of Cement*, Abla, Rio de Janeiro, volume 1, pages 151-157.
- [164] Mindess, S., Young, J.F. & Darwin, D. (2003). *Concrete*, 2nd Edition Prentice Hall. Englewood Cliffs, NJ.
- [165] Mitsui, K., Li, Z. & Lange, D. (1994). Relationship between microstructure and mechanical properties of paste-aggregate interface, *ACI Mater. J.* 91 30-39.
- [166] Moës, N., Gravouil, A. & Belytschko, T. (2002). Non-planar 3d crack growth by the extended finite element and level set part i: Mechanical model. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 53(11), 2549-2568.
- [167] Moës, N., Stolz, C., Bernard, P.E. & Chevaugeon, N. (2011). A level set based model for damage growth: the thick level set approach. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 86(3), 358-380.
- [168] Monerie, Y. (2000). *Fissuration des matériaux composites : rôle de l'interface fibre/matrice*. Thèse de doctorat, Université d'Aix-Marseille II.
- [169] Monerie, Y. & Acary, V. (2001). Formulation dynamique d'un modèle de zone cohésive tridimensionnel couplant endommagement et frottement. *Revue Européenne des Éléments Finis*, 10 (2-4), 489-503.
- [170] Monteiro, P. J. M. & Mehta, P. K. (1986). Improvement of the aggregate-cement paste transition zone by grain refinement of hydration products. In *Proceedings of the 8th international congress on the chemistry of cement*, Rio de Janeiro, volume 2, pages 433-437.
- [171] Mori, T. & Tanaka, K. (1973). Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta metallurgica*, 21(5), 571-574.
- [172] Morin, S. (2023). Projot ODOBA : programme expérimental 2023-2026, rapport interne IRSN, Rapport n°IRSN/ rapport 2023-00360.
- [173] Mounajed, G. (2002). Exploitation du nouveau modèle « Béton numérique » dans Symphonie. *Cahiers du Centre scientifique et technique du bâtiment*, (3421).
- [174] Moussa, D. (2010). *Application de l'essai de la dureté pour la caractérisation du béton*. Thèse de doctorat, Université de M'SILA.
- [175] Muñoz, J. F., Gullerud, K. J., Cramer, S. M., Tejedor, M. I. & Anderson, M.A. (2010). Effects of Coarse Aggregate Coatings on Concrete Performance *Journal of Materials in Civil Engineering*, 96:10 -22.
- [176] Myers, R. J., L'Hôpital, E., Provis, J. L. & Lothenbach, B. (2015). Effect of temperature and aluminium on calcium (alumino) silicate hydrate chemistry under equilibrium conditions. *Cement and Concrete Research*, 68, 83-93.
- [177] Needleman, A. (1987). A continuum model for void nucleation by inclusion debonding. *Journal of applied mechanics*, 54(3), 525-531.
- [178] Nemati, K. M. (1997) Fracture analysis of concrete using scanning electron microscopy. *Scanning* 19, 426-430.

- [179] Nežerka, V., Bílý, P., Hrbek, V. & Fládr, J. (2019). Impact of silica fume, fly ash, and metakaolin on the thickness and strength of the ITZ in concrete. *Cement and Concrete Composites*, 103, 252-262,ISSN 0958-9465.
- [180] NF P18-545-2011
- [181] 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. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.

- [182] Nguyen, V.-H., N. Leklou, J.-E. Aubert & P. Mounanga. (2013). The effect of natural pozzolan on delayed ettringite formation of the heat-cured mortars», *Construction and Building Materials*, vol. 48, p. 479–484, doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.016> .
- [183] Nooru-Mohamed, M.B. (1992). *Mixed Mode Fracture of Concrete: An Experimental Approach*, Thèse de doctorat, Delft University.
- [184] Nooru-Mohamed, M.B. & Van Mier J.G. (1990). Geometrical and structural aspects of concrete fracture, *Engineering Fracture Mechanics* 35, 617-628.
- [185] Nouredine, J. (1996). Influence de la forme et de la rugosité des particules d'un granulats sur les propriétés et les coûts du béton compacté au rouleau (Ch.2). Thèse de doctorat, Faculté des sciences appliquées du Canada.
- [186] Odler, I. & Y. Chen (1995). Effect of cement composition on the expansion of heat-cured cement pastes. In: *Cement and Concrete Research* 25(4), p. 853-862.
- [187] Odler, I. & Colán-Subauste, J. (1999). Investigations on cement expansion associated with ettringite formation. *Cement and Concrete Research*, 29(5), 731-735.
- [188] Oh, J.C. & Kim, H.G. (2013). Inverse estimation of cohesive zone laws from experimentally measured displacements for the quasi-static mode I fracture of PMMA. *Eng. Fract. Mech.* 99, 118–131.
- [189] Oliver, W.C. & Pharr, G.M. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research* 7, 1564-1583.
- [190] Ollivier, J. P., Maso, J. C. & Bourdette, B. (1994). Interfacial transition zone in concrete. *Advanced Cement Based Materials*, 2(1),30-38.
- [191] Ouyang, C., Nanni, A. & Chang, W.-F. (1988), Internal and external sources of sulfate ions in Portland cement mortar: two types of chemical attack. *Cement and Concrete Research*, 18, 699-709.
- [192] Owsiak, Z. (2022). Influence of the aggregate type on delayed ettringite formation. *Cement-Wapno-Beton = Cement Lime Concrete*, 27(2), 144-151. <https://doi.org/10.32047/cwb.2022.27.2.5>.
- [193] Oztekin, E. (1987). La résistance du béton en relation avec la résistance du mortier et l'adhérence mortier-granat. Porosité et propriétés des matériaux. Premier congrès international de la RILEM.
- [194] Pavoine, A. (2003). Evaluation du potentiel de réactivité des bétons vis-à-vis de la formation différée de l'ettringite. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie Paris VI.
- [195] Pavoine, A., Brunetaud, X. & Dive, L. (2012). The impact of cement parameters on Delayed Ettringite Formation. *Cement and Concrete Composites*, 34, 521-528.
- [196] Perales, F. (2005) Fissuration des matériaux à gradient de propriétés. Application au Zircaloy hydruré. Thèse de doctorat, Université de Montpellier II.
- [197] Perales, F., Dubois, F., Monerie, Y., Piar, B. & Stainier, L. (2010). A NonSmooth Contact Dynamics-based multi-domain solver. *Revue Européenne de Mécanique Numérique/European Journal of Computational Mechanics*, 21(3-6),242-253.

- [198] Perales, F., Bourgeois, S., Chrysochoos A. & Monerie, Y. (2008). Two field multibody method for periodic homogenization in fracture mechanics of nonlinear heterogeneous materials. *Engineering Fracture Mechanics*, 2008, 75, 3378- 3398.
- [199] Perales, F., Dubois, F., Monerie, Y., Mozul, R., Babik, F., Dbouk, T. & Monod., R. (2015). Xper : une plateforme pour la simulation numérique distribuée d'interactions multiphysiques entre corps. In 12<sup>ième</sup> Colloque National en Calcul des Structures, Giens.
- [200] Petrov, N. (2003). Effets combinés de différents facteurs sur l'expansion des bétons causés par la formation différée de l'ettringite. Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke.
- [201] Peycelon, H., Barbarulo, R. & Prené, S. (2003). Experimental study and modelling of sulphate sorption on calcium silicate hydrates. *Annales de chimie des sciences des matériaux*, 28, 5-10.
- [202] Piar, B. (2004). Pelicans : Un outil d'implémentation de solveurs d'équations aux dérivées partielles. Note Technique 33 IRSN.
- [203] Pichelin, A., Carcassès, M., Cassagnabère, F., Multon, S. & Nahas, G. (2020). Sustainability, transfer and containment properties of concrete subject to delayed ettringite formation (DEF). *Cement and Concrete Composites*, 113.
- [204] Planel, D. (2002). Les effets couplés de la précipitation d'espèces secondaires sur le comportement mécanique et la dégradation chimique des bétons. Thèse de Doctorat, Université de Marne la Vallée.
- [205] Poyet, S. (2003). Etude de la dégradation des ouvrages en béton atteints par la réaction alcali-silice : Approche expérimentale et modélisation numérique multi-échelle des



dégradations dans un environnement hydro-chemo-mécanique variable. Thèse de doctorat, Université de Marne-la-Vallée.

- [206] Production de béton France 2017 | Statista.
- [207] Ramlochan, T., Zacarias, P., Thomas, M. D. A. & Hooton, R. D. (2003). The effect of pozzolans and slag on the expansion of mortars cured at elevated temperature: Part I: Expansive behaviour. *Cement and Concrete Research*, 33(6), 807-814.
- [208] Rangaraju, P. R., Olek, J. & Diamond, S. (2010). An investigation into the influence of inter aggregate spacing and the extent of the itz on properties of portland cement concretes. *Cement and Concrete Research*, 40(11), 1601-1608.
- [209] Richard, B. (2019). Programme scientifique du Consortium CONCRETE sur la période 2019 – 2023. Evaluation et prédiction de la performance d'ouvrages à forts enjeux de sûreté. Rapport n° PSN-EXP-SES-2019-00388.
- [210] Sahu, S. & Thaulow, N. (2004). Delayed ettringite formation in Swedish concrete railroad ties. In : *Cement and Concrete Research* 34(9), 1675-1681.
- [211] Salah, N. (2021). Modélisation du comportement mécanique des bétons avec prise en compte des propriétés interfaciales : influence du durcissement. Thèse de doctorat, IMT - Mines Alès Ecole Mines - Télécom.
- [212] Salgues, M. (2013). Modélisation des effets structuraux des réactions sulfatiques internes et alcali-granulats : Application aux barrages en béton. Thèse de doctorat, Université de Toulouse.
- [213] Scherer, G. W. (2004). Stress from crystallization of salt. *Cement and concrete research*, 34(9), 1613-1624.
- [214] Schlangen, E. (1993). Experimental and Numerical Analysis of Fracture Processes in Concrete Thèse de doctorat, Delft University.
- [215] Scrivener, K. L., Bentur, A. & Pratt, P. L. (1988). Quantitative characterization of the transition zone in high strength concretes. *Advances in Cement Research*, 1(4),230-237.
- [216] Scrivener, K.L., Crumbie, A.K. & Laugesen, P. (2004). The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface science*, 12, 411-421.
- [217] Scrivener, K.L., Alexander, M.G., Arlliguie, G., Ballivy, G., Bentur, A. & Merchand J. (1999). Characterization of the ITZ and its quantification by test

method, Engineering and Transport Properties of the Interfacial Transition Zone in Cementitious Composites, RILEM Report, vol. 20, RILEM Publications 1999, 3-14.

- [218] Sellier, A. & Multon, S. (2018). Chemical modelling of Delayed Ettringite Formation for assessment of affected concrete structures. *Cement and Concrete Research*, 108, 72-86.
- [219] Shah, S. P., Swartz, S. E. & Ouyang, C. (1995). *Fracture mechanics of concrete: applications of fracture mechanics to concrete, rock and other quasi-brittle materials*. New York: John Wiley and Sons.
- [220] Shao, Y., Lynsdale, C. J., Lawrence, C. D. & Sharp, J. H. (1997). Deterioration of heat-cured mortars due to the combined effect of delayed ettringite formation and freeze/thaw cycles. *Cement and Concrete Research*, 27(11), 1761-1771.
- [221] Shen, B. & Paulino, G. H. (2011). Identification of cohesive zone model and elastic parameters of fiber-reinforced cementitious composites using digital image correlation and a hybrid inverse technique. *Cement and Concrete Composites*, 33(5), 572-585.
- [222] Shet, C. & Chandra, N. (2002). Analysis of Energy Balance When Using Cohesive Zone Models to Simulate Fracture Processes. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 124:440.
- [223] Shimada, Y. & Young, F.J. (2004). Thermal stability of ettringite in alkaline solutions at 80°C, *Cement and Concrete Research*, 34, 2261-2268.
- [224] Shuguang, L. & Qingbin, L. (2015). Method of meshing ITZ structure in 3D meso-level finite element analysis for concrete. *Finite Elements in Analysis and Design*, 93, 96-106.
- [225] Silva, A. S., Ribeiro, A. B., Jalali, S. & Divet, L. (2006). The use of fly ash and metakaolin for the prevention of alkali-silica reaction and delayed ettringite formation in concrete.
- [226] Silva, A. S., Soares, D., Matos, L., Salta, M. M., Divet, L., Pavoine, A., & Mirão, J. (2010). Influence of mineral additions in the inhibition of delayed ettringite formation in cement based materials – A microstructural characterization. In *Materials Science Forum* (vol. 636, pp. 1272-1279). Trans Tech Publications Ltd.
- [227] Silva, A. S., Soares, D., Matos, L., Salta, M. M., Divet, L., Pavoine, A., ... & Mirão, J. (2010). Influence of mineral additions in the inhibition of delayed ettringite formation in cement

- based materials—A microstructural characterization. In *Materials Science Forum*, 636, 1272-1279. Trans Tech Publications Ltd.
- [228] Skarżyński, Ł. & Tejchman, J. (2016). Experimental investigations of fracture process in concrete by means of X-ray micro-computed tomography. *Strain*, 52(1), 26-45.
- [229] Socie, A. (2019). Modélisation chimio-mécanique de la fissuration de matériaux cimentaires : vieillissement et tenue des enceintes de confinement des centrales nucléaires. Thèse de doctorat, Université de Montpellier.
- [230] Socié, A., Dubois, F., Monerie, Y., Neji, M. & Perales, F. (2023). Simulation of internal and external sulfate attacks of concrete with a generic reactive transport-poromechanical model. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 27(12), 3679-3706.
- [231] Souchu, P. (2014). Pouzzolanicité, activité pouzzolanique et hydraulicité, <http://doc.lermfr/pouzzolanicite-activite-pouzzolanique-et-hydraulicite/>.
- [232] Stainier, L., Dubois F. & Peyroux R. (2003). MatLib, une bibliothèque portable de modèles constitutifs pour la mécanique non-linéaire des solides : concepts et implémentation. 6ème Colloque National en Calcul des Structures.
- [233] Stark, J. & Bollmann, K.-L. (1992). Investigation into Delayed Ettringite Formation in Concrete. In 9th International Congress on the Chemistry of Cement, volume V, pages 348-354, New Delhi, India.
- [234] Swartz, S.E., Lu, L.W., Tang, L.D. & Refai, T.M.E. (1988). Mode II fracture-parameter estimates for concrete from beam specimens. *Experimental Mechanics*, 28, 146-153.
- [235] Tasong, W.A., Lynsdale, C.J. & Cripps, J.C. (1998). Aggregate-cement paste interface. II: Influence of aggregate physical properties. *Cement and Concrete Research*, 28(10), 1453-1465.
- [236] Taylor, H.F.W. (1993). Sulfate Reactions in Concrete - Microstructural and Chemical Aspects. *Cement Technology*, 40, 61-78. 22, 24 58.
- [237] Taylor, H.F.W. (1997). *Cement chemistry*. Academic press.
- [238] Taylor, H.F.W., Famy, C. & Scrivener, K.L. (2001). Delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Research*, 31, 683–693.
- [239] Tlajji, T. (2020). Vieillissement des bétons des installations de sûreté : études expérimentales multiéchelles de la pathologie RSI. Rapport interne de l'IRSN, Rapport n° IRSN/2020-00778.
- [240] Tsitova, A., Bernachy-Barbe, F., Bary, B., Dandachli, S. A., Bourcier, C., Smaniotto, B. & Hild, F. (2021). Damage Quantification via Digital Volume Correlation with

Heterogeneous Mechanical Regularization: Application to an In situ Meso-Flexural Test on Mortar. *Exp Mech* 62, 333-349.

- [241] Tepponen, P. & Erikson, B.-E. (1987). Damagers in concrete railway sleepers in Finland, *Nordic Concrete Research*, 6, 199-209.
- [242] The European Cement Association (CEMBUREAU). Activity Report, 1st ed.; CEMBUREAU: Brussels, Belgium, 2017; pp. 1-42. Available online: <https://cembureau.eu/media/1716/activity-report-2017.pdf> (accessed on 16 October 2019).
- [243] Thomas, T. & Slate, F.O. (1963). Tensile bond strength between aggregate and cement paste or mortar, In: *Journal Proceedings*, 60, 465–486
- [244] Tognevi, A. (2012). Modélisation multi-échelle et simulation du comportement thermo-hydro-mécanique du béton avec représentation explicite de la fissuration. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan.
- [245] Tognon, G. P. & Cangiano, S. (1980). Interface phenomena and durability of concrete. In *Proc. 7<sup>th</sup> International Congress of the Chemistry of Cement*. Paris, volume 7, pages 133-138.
- [246] Tosun, K. (2006). Effect of SO<sub>3</sub> content and fineness on the rate of delayed ettringite formation in heat cured Portland cement mortars. In: *Cement and Concrete Composites* 28(9), p. 761-772.
- [247] Trtik, P. & Bartos, P.J. (1999). Micromechanical properties of cementitious composites. *Mater. Struct.*, 32, 388-393.
- [248] Tuvergaard, V. & Hutchinson, J. W. (1992). The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 40(6), 1377-1397.
- [249] Ulrik Nilsen, A. & Monteiro, P. J. M. (1993). Concrete: A three phase material. *Cement and Concrete Research*, 23(1):147-151.
- [250] Valenta, O. (1968). Durability of concrete. In *Proc. of the 5th Symposium on Chemistry of Cement*. Tokio, page 193.
- [251] Valoroso, N. & Fedele, R. (2010). Characterization of a cohesive-zone model describing damage and de-cohesion at bonded interfaces. Sensitivity analysis and mode-I parameter identification. *Int. J. Solids Struct.* 47, 1666-1677.
- [252] Venuat, M. & Alexandre, J. (1968). De la carbonatation du béton – Partie II, *Revue Des Matériaux de Construction*. 639 469-481.
- [253] Vulliet (2016), *Mécaniques des sols et des roches*.
- [254] Wakeley, L. D. & Roy, D. M. (1982). A method for testing the permeability between grout and rock. *Cement and Concrete Research*, 12(4), 533-534.
- [255] Wang, J., Qin, Q.H., Kang, Y.L., Li, X.Q. & Rong, Q.Q. (2010). Viscoelastic adhesive interfacial model and experimental characterization for interfacial parameters. *Mech. Mater.* 42 (5), 537-547.
- [256] Wang, X., Zhang, M. & Jivkov, A. P. (2016). Computational technology for analysis of 3D meso-structure effects on damage and failure of concrete. *International Journal of Solids and Structures*, 80, 310-333.

- [257] Wattrisse, B. (1999). Etude cinématique des phénomènes de localisation dans des aciers par intercorrélation d'image. Thèse de doctorat, Université Montpellier II.
- [258] Wattrisse, B. (2006). Caractérisation du comportement thermomécanique des matériaux par imagerie quantitative. HDR, Université Montpellier II.
- [259] Wieker, W., Bade, T., Winkler, A. & Herr, R. (1992). On the composition of pore solutions squeezed from autoclaved cement pastes, pp.125-125.
- [260] Wu, K., Xu, L., Schutter, G.D., Shi, H. & Ye, G. (2015). Influence of the Interfacial Transition Zone and Interconnection on Chloride Migration of Portland Cement Mortar. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 13(3),169-177.
- [261] Wu, P.; Zhou, Z. & Chen, Z. (2022). Fracture Mode Transition in Three-Point Bending of Concrete Beams: A Peridynamic Investigation. *Chin. J. Solid Mech.* 2022, 43, 614-624.
- [262] Xu, X., Wu, T., Qian, G., Kang, F., Patrick, G. E. & Shi, W. (2022). Numerical Modeling of Quasi-Brittle Materials Using a Phase-Field Regularized Cohesive Zone Model with Optimal Softening Law. *Applied Sciences*, 12(23), 12077.
- [263] Yammine, A., Leklou, N., Choinska, M., Bigonnet, F. & Mechling, J. (2020). DEF damage in heat cured mortars made of recycled concrete sand aggregate. *Construction and Building Materials*, 252, 119059.
- [264] Yang, R. & al. (1999). Delayed ettringite formation in heat-cured Portland cement mortars In: *Cement and Concrete Research* 29(1), pp. 17-25.
- [265] Yang, R., Lawrence, C. D. & Sharp, J. H. (1996). Delayed ettringite formation in 4-year-old cement pastes. *Cement and concrete research*, 26(11), 1649-1659.
- [266] Yue, J., Sheng, J., Wang, H., Hu, Y., Zhang, K., Luo, Y. & Zhan, M. (2022). Investigation on Pore Structure and Permeability of Concrete–Rock Interfacial Transition Zones Based on Fractal Theory. *Fractal and Fractional*, 6(6), 329.
- [267] Zhang, Z., Olek, J. & Diamond, S. (2002). Studies on delayed ettringite formation in heat-cured mortars: II. Characteristics of cement that may be susceptible to DEF. *Cement and Concrete Research*, 32(11), 1737-1742.
- [268] Zheng, J.J., Li, C. Q. & Zhou, X. Z. (2005). Thickness of interfacial transition zone and cement content profiles around aggregates. *Magazine of Concrete Research*, 57(7), 397-406.
- [269] Zhi X. (2011). Influence de la nature minéralogique des granulats sur leur comportement et celui du béton à haute température. Thèse de doctorat, Université de Cergy Pontoise.
- [270] Zhou, Q. & Glasser, F. P. (2001). Thermal stability and decomposition mechanisms of ettringite at < 120 C. *Cement and Concrete Research*, 31(9), 1333-1339.
- [271] Zhou, X. Q. & Hao, H. (2008). Mesoscale modelling of concrete tensile failure mechanism at high strain rates. *Computers & Structures*, 86(21-22), 2013-2026.
- [272] Zimbelmann, R. (1985). A contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cement and Concrete Research*, 15(5), 801808.

**Titre :** Caractérisation expérimentale et numérique par changement d'échelles du comportement mécanique des bétons atteints de la réaction sulfatique interne avec prise en compte des propriétés interfaciales.

**Résumé :** Le vieillissement des matériaux cimentaires des centrales nucléaires est l'un des axes de recherche de l'IRSN au travers du consortium scientifique CONCRETE et du projet international ODOBA. L'objectif est notamment de prédire la durabilité des enceintes de confinement (tenue mécanique et étanchéité). L'un de ces mécanismes de vieillissement des bétons qui les composent est la Réaction Sulfatique Interne (RSI).

Dans cette thèse, des méthodologies couplant études expérimentales et simulations numériques sont mises en place afin d'améliorer la compréhension et la modélisation multi-échelle des mécanismes liés à la RSI, en partant de l'échelle de l'interface entre la pâte de ciment et les granulats (échelle locale) et en remontant jusqu'à l'échelle de l'éprouvette (échelle mésoscopique). Le comportement quasi-fragile de toutes les phases (pâte de ciment, granulats, interface) est modélisé par un comportement volumique élastique isotrope embarquant des modèles d'endommagement surfacique. Ces paramètres élastiques et cohésifs sont identifiés à partir d'essais expérimentaux à l'échelle locale sur matériaux sains et cette modélisation est utilisée pour prédire les comportements mécaniques aux échelles plus grandes. Un essai original de flexion trois points a été mis en place à l'échelle de l'interface ciment/granat sur des éprouvettes de ciment et des composites ciment/granat afin d'étudier la propagation de la fissure sous chargement mixte. Un protocole expérimental complet est proposé pour l'extraction d'informations nécessaires à l'estimation des différents paramètres du matériau utilisés dans les simulations. Les paramètres matériau ainsi estimés sont ensuite utilisés pour prédire numériquement la rupture des poutrelles de béton sous flexion trois points à l'échelle mésoscopique.

Des expérimentations sont effectuées sur des matériaux cimentaires atteints de la RSI afin de caractériser l'évolution de la pathologie à deux échelles à partir de plusieurs essais mécaniques, des mesures d'expansions, des observations microstructurales au microscope électronique à balayage (MEB) et des analyses chimiques (EDS, DRX). Les résultats sont encourageants en visualisant bien cette dégradation physico-chimique. L'application du modèle mécanique prédictif sur les matériaux atteints de la RSI reste une perspective de ce travail.

**Mots clés :** Béton - Fissuration - Interface - Modèles de zones cohésives (CZM) - Changement d'échelle - Réaction Sulfatique Interne (RSI) - Formation différée ettringite (DEF) - Caractérisation physico-chimique.

**Title:** Experimental and numerical characterization by change of scale of the mechanical behavior of concretes affected by internal sulphate attack, taking account of interfacial properties

**Abstract:** The ageing of cementitious materials used in nuclear power plants is one of IRSN's research priorities through the CONCRETE scientific consortium and the international ODOBA project. In particular, the aim is to predict the durability of containments (mechanical strength and tightness). One of the ageing mechanisms of the concrete of which they are composed is the Internal Sulphate Reaction (ISR or DEF: Delayed Ettringite Formation).

In this thesis, experimental studies and numerical simulations are combined to improve understanding and multi-scale modelling of the mechanisms associated with DEF, starting at the interface between the cement paste and the aggregates (local scale) and working up to the scale of the concrete specimen (mesoscopic scale). The quasi-fragile behavior of all phases (cement paste, aggregates, interface) is modelled by isotropic elastic volume behavior incorporating surface damage models.

These elastic and cohesive parameters were identified from local-scale experimental tests on intact materials, and this modelling was used to predict mechanical behavior on larger scales. An original three-point bending test was set up at the scale of the cement/aggregate interface on cement specimens and cement/aggregate composites in order to study crack propagation under mixed loading. A complete experimental protocol was proposed for extracting the information needed to estimate the various material parameters used in the simulations. The material parameters thus estimated were then used to numerically predict the failure of concrete beams under three-point bending on a mesoscopic scale.

Experiments were carried out on cementitious materials affected by DEF in order to characterize the evolution of the pathology on two scales, using several mechanical tests, expansion measurements, microstructural observations using a scanning electron microscope (SEM) and chemical analyses (EDS, XRD). The results are encouraging, providing a very accurate representation of this physico-chemical degradation. The application of the predictive mechanical model to materials affected by DEF remains a key aim of this work.

**Key words:** Concrete - Cracking - Interfaces - Cohesive zone models (CZM) - Scale changing - Internal sulphate reaction - Delayed ettringite formation (DEF) - Physiochemical characterization