

UTCB UM

Effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et de la liaison pâte/granulat

Rapport de recherche

Directeurs

Prof. Dan Paul Georgescu (UTCB)

Prof. Moulay Saïd El Youssoufi (UM)

Etudiant

Andrei-Sorin Gîrboveanu

Table des matières

1. Introduction	2
2. Matériaux et protocoles.....	3
2.1. Choix des types de ciment et de granulat	3
2.2. Fabrication des échantillons à l'échelle locale	4
2.3. Méthode de lixiviation accélérée	7
2.4. Cinétique de dégradation.....	10
2.5. Essais mécaniques à l'échelle locale.....	13
2.5.1. Présentation générale du dispositif d'essai	13
2.5.2. Dispositif d'essai.....	17
2.6. Conclusion	23
3. Résultats et discussion	25
3.1. Cinétique de dégradation.....	25
3.2. Influence de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale	30
3.2.1. Evolution des propriétés mécaniques	31
3.2.2. Observation de la fissuration.....	35
3.2.3. Conclusion.....	41
4. Conclusion générale	42
5. Bibliographie	43

1. Introduction

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

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

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

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

Donc, dans la présente étude, les deux voies d'étude choisies portent sur la cinétique de dégradation et les propriétés mécaniques du béton à l'échelle locale. Afin de pouvoir étudier ces aspects, une géométrie simple, mais compatible, a été favorisée. Il s'agit d'utiliser des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment/granulat avec une section carrée. Ces échantillons sont utilisés pour évaluer l'avancement de la dégradation chimique et la contrainte globale sous chargement mécanique. L'avancement de la dégradation chimique sera mesuré au niveau de la pâte et de l'ITZ afin de déterminer leur cinétique de dégradation. En ce qui concerne le comportement mécanique des échantillons à l'échelle locale, il sera étudié à travers des essais mécaniques de traction. L'évolution des propriétés mécaniques des échantillons dégradés à l'échelle locale sera analysée en fonction de l'avancement de la dégradation.

2. Matériaux et protocoles

La nécessité d'une étude à l'échelle de la liaison pâte/granulat est dictée par un besoin d'analyser la phénoménologie complexe qui se développe au niveau des ITZ et influence le comportement mécanique du béton. Ainsi, afin de rendre possible une telle étude, un protocole expérimental a été développé pour évaluer l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et sur celles de la pâte.

Afin de pouvoir évaluer l'effet de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale, il est nécessaire d'évaluer la cinétique de dégradation et l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte. Dans ce sens, des échantillons avec des géométries spécifiques sont utilisées.

Sur ces échantillons, dans un premier temps, l'analyse de la cinétique de dégradation sera faite afin de rendre possible ensuite l'analyse de l'effet de la dégradation sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et des composites pâte/granulat.

Les essais mécaniques à l'échelle locale quant à eux, sont destinés à déterminer des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte à l'état sain et dégradé

2.1. Choix des types de ciment et de granulat

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

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

Dans le cas de la présente étude, le choix des matériaux vise à se rapprocher des formulations des bétons réels soumis à la lixiviation et de donner une perspective pour les études prochaines. Il s'agit donc de choisir un matériau avec des propriétés mécaniques assez élevées, mais avec une

composition simple. Une telle composition présente l'avantage de faciliter des références à la littérature et elle peut servir comme référence pour des prochaines études. C'est pour cela que, d'une part, l'on a choisi d'éviter un surdosage en eau afin d'acquérir des propriétés mécaniques importantes et, d'autre part, on a évité l'utilisation d'adjuvants ou de composants secondaires comme les pouzzolanes. Par conséquent, le choix des matériaux utilisés s'est porté sur une pâte de ciment CEM I préparée avec un rapport e/c de 0,4 et des granulats calcaires.

2.2. Fabrication des échantillons à l'échelle locale

Dans ce paragraphe, nous présentons la méthodologie expérimentale mise en œuvre pour fabriquer, conditionner et conserver les éprouvettes à l'échelle locale. Les échantillons fabriqués pour les analyses de la microstructure ainsi que pour les essais mécaniques de traction et de cisaillement sont des parallélépipèdes en pâte de ciment et des composites pâte de ciment/granulats (Figure 1). Les dimensions des échantillons sont $10 \times 10 \times 30 \text{ mm}^3$. L'échantillon composite est composé d'une moitié granulat ($10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$) et d'une moitié pâte de ciment ($10 \times 10 \times 15 \text{ mm}^3$) (Figure 1 b).

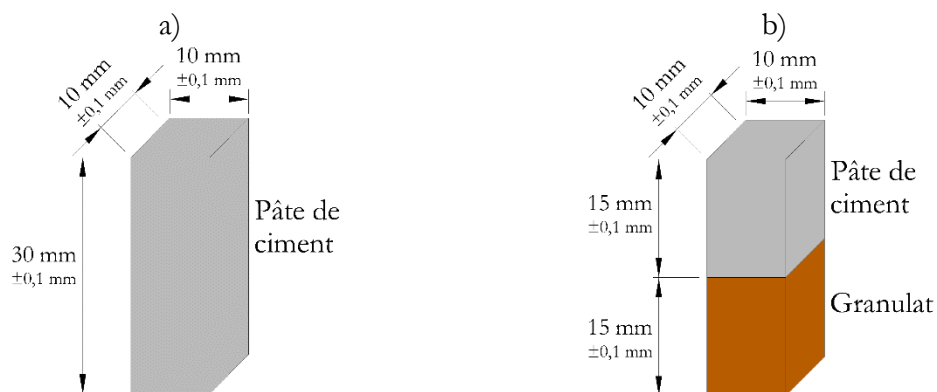


Figure 1 Échantillons en pâte de ciment a) et composite pâte de ciment/granulat b) utilisés pour l'étude des propriétés chimiques et mécaniques du béton à l'échelle locale

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

- Préparation des granulats

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

Afin d'atteindre les dimensions voulues pour les granulats, un porte-échantillon spécifique a été conçu. Ce dernier a la fonction de permettre des coupes suivant un angle droit et de régler les

dimensions des échantillons. La première étape consiste à usiner trois faces du granulat de manière à obtenir un angle trièdre droit entre trois faces de l'échantillon. La seconde étape consiste à ajuster les dimensions du granulat par rapport aux trois faces de référence. Les granulats ont ensuite été mesurés et calibrés avant la préparation des échantillons. Les granulats présentant des défauts ou des déformations majeures ont été rejetés. Le résultat final est un granulat parallélépipédique avec des faces perpendiculaires et une tolérance géométrique de $\pm 0,1$ mm (Figure 2).



Figure 2 Dimensions du granulat (a) et lot de 20 granulats après la découpe (b)

Pour la fabrication des échantillons, des moules souples en silicone ont été confectionnés. Ce type de moule présente l'avantage d'une réalisation rapide et en grande quantité.

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

En ce qui concerne la fabrication des moules souples en silicone utilisés dans la présente étude, ils ont été réalisés par le coulage et la polymérisation du silicone liquide autour de contre-moules avec les dimensions souhaitées (Figure 3). On a pu ainsi réaliser des moules permettant la réalisation de plusieurs échantillons dans une coulée et ne nécessitant pas une préparation laborieuse.

Outre la répétabilité dimensionnelle, ces moules sont étanches, permettent d'obtenir des faces avec une bonne planéité et possèdent des parois non adhérentes qui facilitent aussi le démoulage. Donc, ce type de moule en silicone a été retenu pour la fabrication des échantillons.

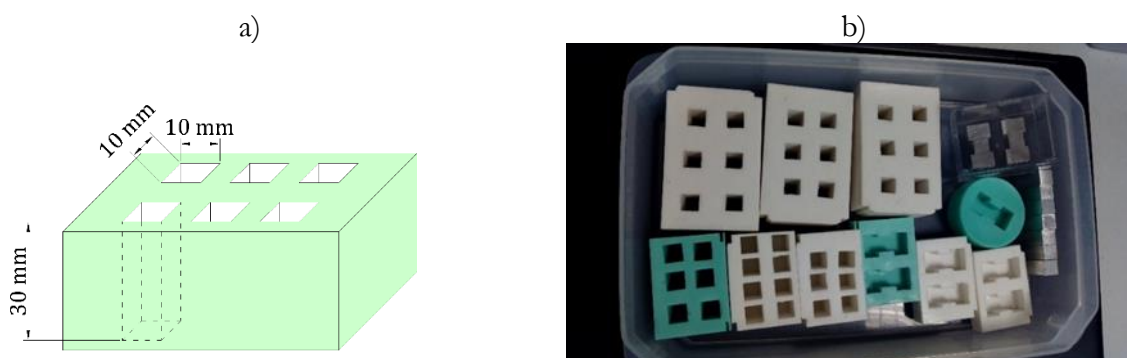


Figure 3 Moules en silicone. Dimensions (a) et exemples (b)

Après la fabrication, les éprouvettes ont été conservées dans le moule pendant 24h dans un environnement à HR=100%. Ensuite, après démoulage, elles ont été conservées dans un bac d'eau saturée en chaux (Figure 4) pendant 40 jours. Ce mode de conservation permet une hydratation optimale du matériau afin qu'il atteigne les propriétés requises, et prévient toute fissuration due à la dessiccation.

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



Figure 4 Échantillons conservés dans un bain d'eau saturée en chaux pendant la période d'hydratation

2.3. Méthode de lixiviation accélérée

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

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

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

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

Une dernière méthode de dégradation rencontrée dans la littérature consiste en l'utilisation d'une solution de nitrate d'ammonium en tant qu'agent chimiquement agressif, à la place de l'eau. Cette méthode permet d'accélérer la vitesse de dégradation due à une forte solubilité des hydrates dans la solution (Lea, 2012). Premièrement, suite à la diffusion, le nitrate d'ammonium en milieu basique se dissocie entraînant la portlandite en réaction. La différence par rapport au scénario naturel est que la dissolution de la portlandite commence pour des concentrations en Calcium dans la solution interstitielle plus élevées, donc plus rapidement. Ainsi, la dissolution de la portlandite est facilitée et l'échange de matière avec l'environnement est accéléré du fait du fort gradient de concentration en Calcium entre la solution interstitielle et l'environnement extérieur (Nguyen, 2005). La dégradation dans une solution de nitrate d'ammonium présente une cinétique proportionnelle à la racine carrée du temps, propre aux phénomènes diffusifs et donc similaire au scénario de base. Cette méthode permet d'atteindre des vitesses de dégradation de la lixiviation de 100 à 300 fois plus grande que dans l'eau pure, donc une vitesse élevée. Un autre avantage de cette méthode est l'allure similaire du profil de concentration en Calcium dans la zone dégradée avec la dégradation naturelle (Figure 5) (Carde, 1996).

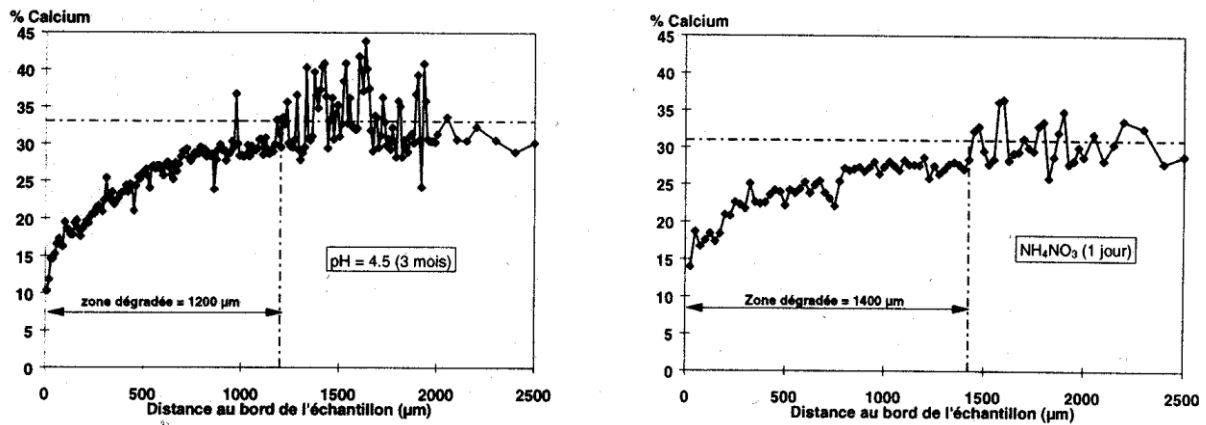


Figure 5 Profils de concentration en Calcium dans la zone dégradée par une eau déminéralisée (a) et par le nitrate d'ammonium (b) (Carde, 1996)

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

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

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

$$V_s = 0,048C\gamma V_d \quad (2.1)$$

où, C (gramme/litre) est la teneur en ciment du matériau soumis à la dégradation, γ (%) est le pourcentage d'oxyde de Calcium dans le ciment anhydre et V_d (litre) est le volume du matériau soumis à la dégradation.

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

Concernant la configuration géométrique de la dégradation, elle a été réalisée en mettant en contact 2 faces longitudinales opposées avec la solution agressive. Les autres faces ont été protégées par l'application d'un scotch étanche avant de plonger les échantillons dans la solution de nitrate d'ammonium (Figure 6). Les échantillons ont été ainsi soumis à une dégradation unidirectionnelle qui se propage perpendiculairement aux faces attaquées par la solution agressive.

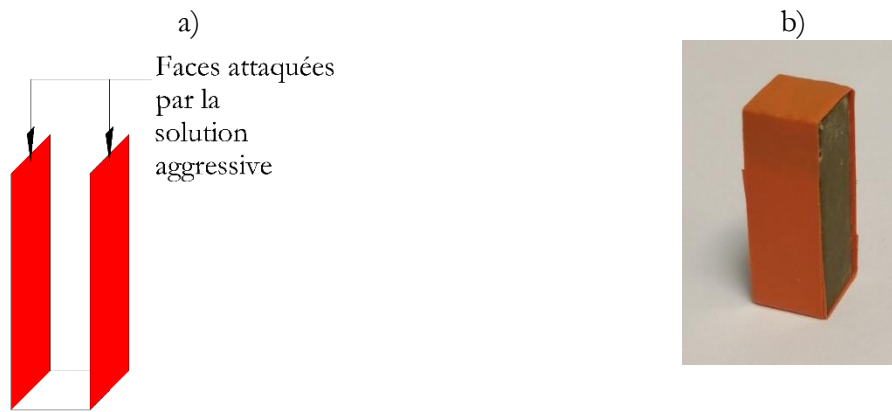


Figure 6 Configuration de la dégradation chimique : schéma (a) et exemple (b)

Cela donne naissance, en coupe transversale, à l'apparition de deux zones dégradées sur les deux côtés de la zone saine situé au milieu (Figure 7). Le choix de cette configuration de dégradation unidirectionnelle est dicté par un besoin d'assurer l'uniformité des fronts de dégradation sur l'épaisseur. Cela est préférable afin de faciliter l'interprétation de l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques des échantillons.

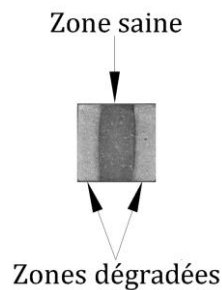


Figure 7 Section transversale d'un échantillon dégradé

Ensuite, afin de finaliser la mise en place de la dégradation chimique, les échantillons ont été dégradés individuellement en température ambiante constante. En effet, chaque échantillon est dégradé dans son récipient, avec le même volume de solution agressive, suffisante pour éviter le renouvellement (Figure 8). Cette méthode de dégradation individuelle assure un conditionnement uniforme de tous les échantillons, en l'absence d'une agitation mécanique. Cette agitation mécanique est une méthode qui sert à homogénéiser une solution dans laquelle tous les échantillons sont conservés ensemble. (Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005).



Figure 8 Méthode de dégradation individuelle

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

2.4. Cinétique de dégradation

La connaissance de la cinétique de dégradation est nécessaire afin de déterminer l'état d'avancement de la dégradation, mais aussi pour interpréter ensuite l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la pâte et de la liaison pâte/granulat.

Afin de déterminer la cinétique de dégradation, plusieurs méthodes ont été utilisées dans la littérature. Ces méthodes sont surtout destinées à localiser la position du front de dégradation à partir duquel l'épaisseur dégradée est déterminée pour différentes durées de dégradation. Dans certains cas, elles peuvent fournir des informations supplémentaires sur la nature de la dégradation. Les méthodes les plus utilisées dans la littérature pour la mesure de l'épaisseur dégradée sont les indicateurs colorés, les mesures EDS et les observations par microscope optique (Figure 9).

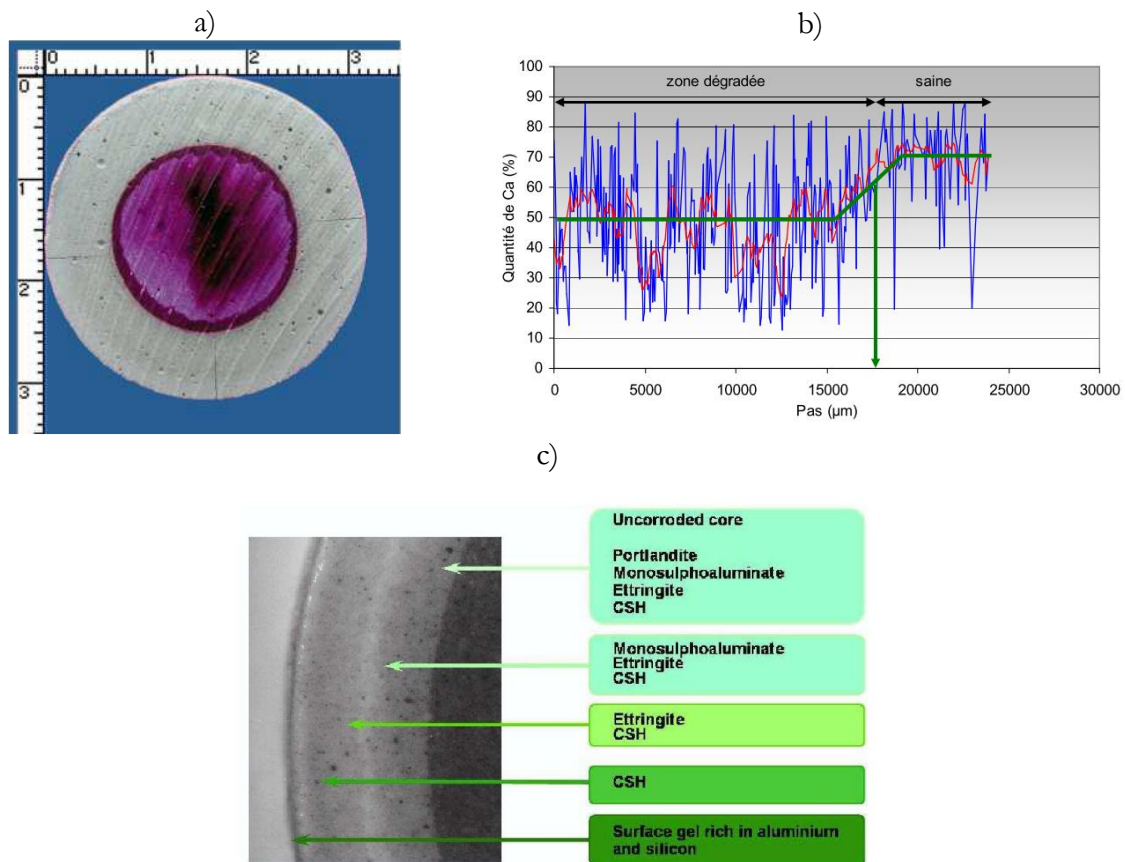


Figure 9 Différentes méthodes de Mesure de l'épaisseur dégradée. Mesure à l'aide de la phénolphthaléine (a) (Nguyen, 2005) ; Mesure à partir des profils de concentration chimique obtenus par EDS (b) (Camps, 2008) ; Mesure à l'aide de la microscopie optique (c) (Adenot and Faucon, 1996)

L'indicateur coloré le plus utilisé est la phénolphthaléine, qui appliquée sur une section transversale, générant un changement de couleur qui permet la délimitation de la zone saine et de la zone dégradée. A l'état initial, elle est incolore mais elle devient rose quand elle est en contact avec des solutions avec pH supérieur à 11. Par conséquent, en appliquant la phénolphthaléine sur une section transversale d'un échantillon en béton, la zone saine devient rose et la zone dégradée garde sa couleur naturelle (Figure 9 a).

Pourtant, en considérant que le pH de la solution interstitielle dans la zone saine est voisin de 13, donc supérieure à 11 (valeur associée au changement de couleur), l'épaisseur de la zone incolore n'est pas égale à l'épaisseur de la zone dégradée. Il est quand même possible pour des bétons à base

de CEM I (ciment portland pur) de calculer la valeur exacte de l'épaisseur dégradée à travers la formule (Le Bellégo, 2001) :

$$e_d = 1,17 * e_{ph} \quad (2.2)$$

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

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

Une autre méthode de mesure de l'épaisseur dégradée est représentée par l'analyse chimique EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) qui permet aussi de localiser le front de dégradation sur des profils de concentrations chimiques. Sur un profil de concentration linéaire réalisé dans la direction de la dégradation, la position du front de dégradation correspond au point où la concentration en Calcium atteint la valeur moyenne de la zone non dégradée (Camps, 2008; Carde et al., 1996; Le Bellégo, 2001). Au-delà de la localisation du front de dégradation, cette méthode permet aussi d'accéder au profil des concentrations élémentaires dans la zone dégradée. Ainsi, d'après le profil de concentration en Calcium, deux sous-zones de dégradation peuvent être distinguées (Figure 9 b).

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

Une dernière méthode de détermination de la cinétique rencontrée dans la littérature et considérée pertinente pour la présente étude est représentée par l'observation optique. Ce genre d'observation permet la localisation des fronts de dégradation en fonction de la position du changement de couleur dans la zone dégradée. Plusieurs auteurs (Adenot and Buil, 1992; Kamali et al., 2003) se sont servis des observations optiques couplées avec des analyses chimiques pour localiser, selon le cas, le front de dégradation principal et/ou le front intermédiaire (Figure 9).

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

Donc, en tenant compte des avantages et des inconvénients de chacune des méthodes présentées, il a été décidé de recourir à des observations optiques pour la mesure des épaisseurs dégradées. L'outil utilisé, un scanner optique, permet la mesure des niveaux de gris avec des résolutions qui peuvent atteindre 2µm. Le contraste suffisant entre le niveau de gris de la zone saine et celui de la zone dégradée a rendu possible leur délimitation et donc la mesure de l'épaisseur dégradée pour plusieurs durées de dégradation.

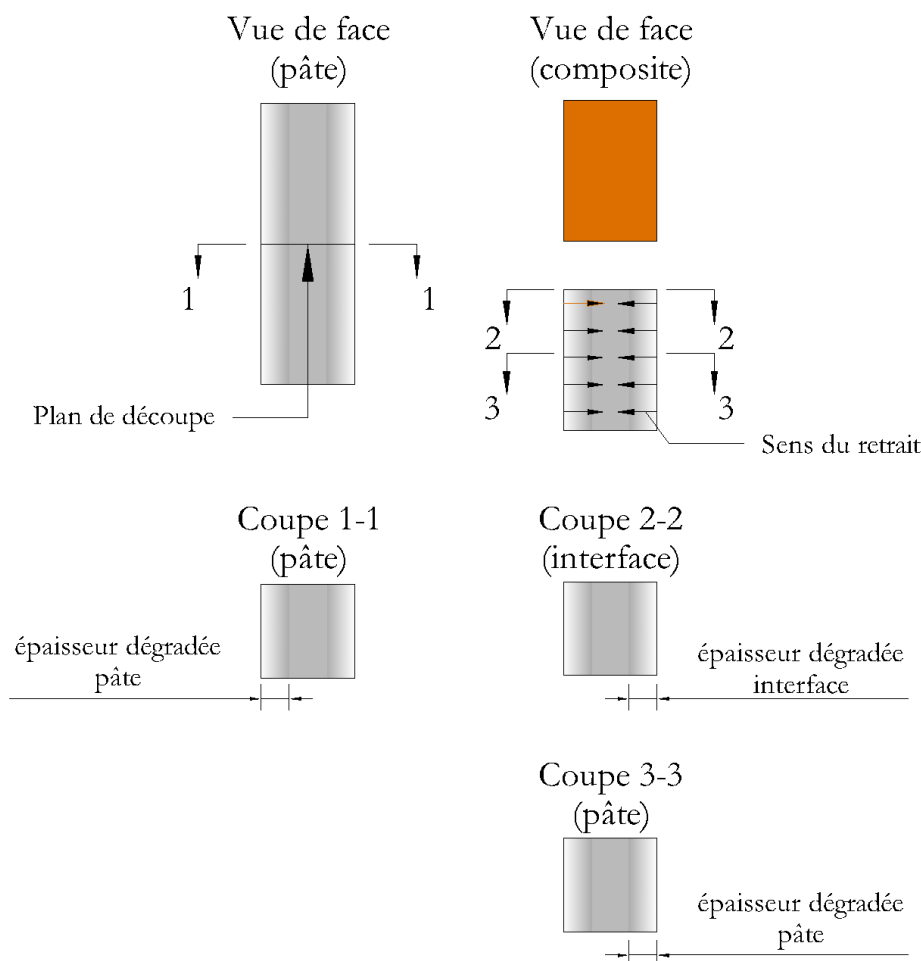


Figure 10 Sections transversales des échantillons en pâte et composites où les mesures des épaisseurs dégradées ont été faites

La mesure de l'épaisseur dégradée a été réalisée sur des échantillons parallélépipédiques en pâte de ciment et composites pâte/granulat, coulés verticalement, pour chaque durée de dégradation, afin de déterminer les cinétiques de dégradation. L'analyse de la cinétique de dégradation a été faite sur des sections transversales d'échantillons dégradés (pâte et composites) (Figure 10).

Les mesures des épaisseurs dégradées des composites ont été faites au cœur de la pâte de ciment et à l'interface. Les mesures à l'interface ont été possibles suite à la décohésion des composites, favorisée par le retrait de dessiccation. En conservant les échantillons composites dans une atmosphère à HR comprise entre 60% et 70%, une perte d'adhésion se produit entre la pâte et le granulat suite au retrait de dessiccation de la pâte (Monteiro and Mehta, 1985). Ainsi les deux parties pâte et granulat peuvent être détachées.

La mesure de l'épaisseur dégradée a été réalisée grâce à l'observation des niveaux de gris sur la médiane des sections transversales (Figure 11). La dynamique de numérisation des images a généré une échelle de niveaux de gris comprise entre 0 et 255. Par conséquent, l'évolution du niveau de gris dans la zone analysée a permis la localisation du front de dégradation suite aux différences qui existent entre les valeurs des niveaux de gris rencontrés dans la zone saine et ceux rencontrés dans la zone dégradée. Pour des raisons de bruit de mesure, les niveaux de gris ponctuels ont été obtenus en moyennant les valeurs des pixels situés dans une zone de 10 pixels autour du point considéré.

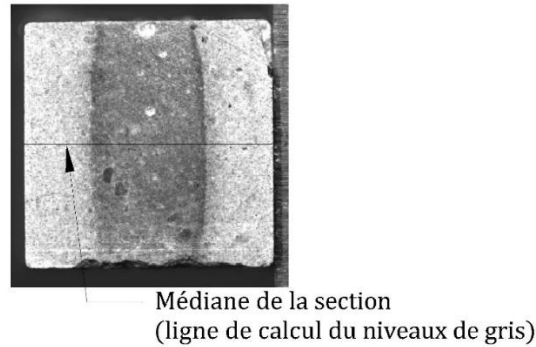


Figure 11 Zone de calcul des épaisseurs dégradées

2.5. Essais mécaniques à l'échelle locale

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

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

Dans le traitement des résultats de ces essais mécaniques, une composante fondamentale est représentée par la mesure des déplacements et des déformations, réalisée par Corrélation d'Images Numériques (CIN). Cette technique est utile surtout pour accéder aux modules de rigidité du matériau analysé. A part cela, le couplage entre les mesures des déformations par CIN et l'observation du chargement mécanique pendant l'essai permet l'optimisation des dispositifs d'essais.

2.5.1. Présentation générale du dispositif d'essai

Le dispositif général d'essai suppose l'application d'une charge mécanique et la détection de la réponse des échantillons en pâte de ciment et composites pâte/granat. Ce dispositif est donc composé d'une machine d'essai et d'une caméra vidéo (Figure 12). La machine d'essai sert à appliquer et à mesurer la force supportée par l'échantillon qu'elle sollicite. La caméra vidéo, quant à elle, est accompagnée d'une source de lumière, et sert à enregistrer le mouvement des échantillons pendant le chargement pour déterminer, dans le plan focal d'observation de la caméra, les déplacements et déformations.

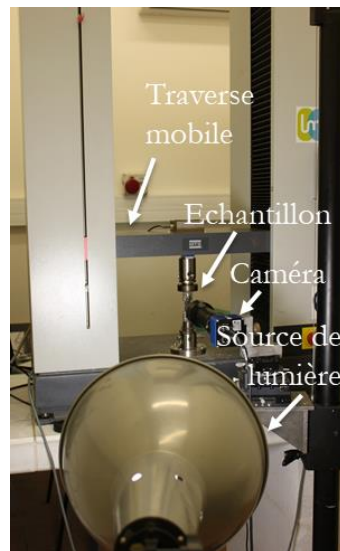


Figure 12 Dispositif général d'essai

En ce qui concerne la machine d'essais, il s'agit d'une presse de traction/compression MTS composée d'une table fixe et d'une traverse mobile avec un seul degré de liberté – la translation verticale. Afin de réaliser les essais envisagés, le bâti d'essai est connecté entre la table fixe et la traverse mobile, tandis que le chargement souhaité est réalisé suite à la translation de la traverse mobile. Pendant l'essai, la machine permet la mesure de la force appliquée grâce à un capteur associé, mais aussi la mesure du déplacement de la traverse mobile. Pour chaque type d'essai effectué, le chargement a été piloté en déplacement, avec une vitesse constante de $10\ \mu\text{m}/\text{seconde}$ imposée à la traverse.

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

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

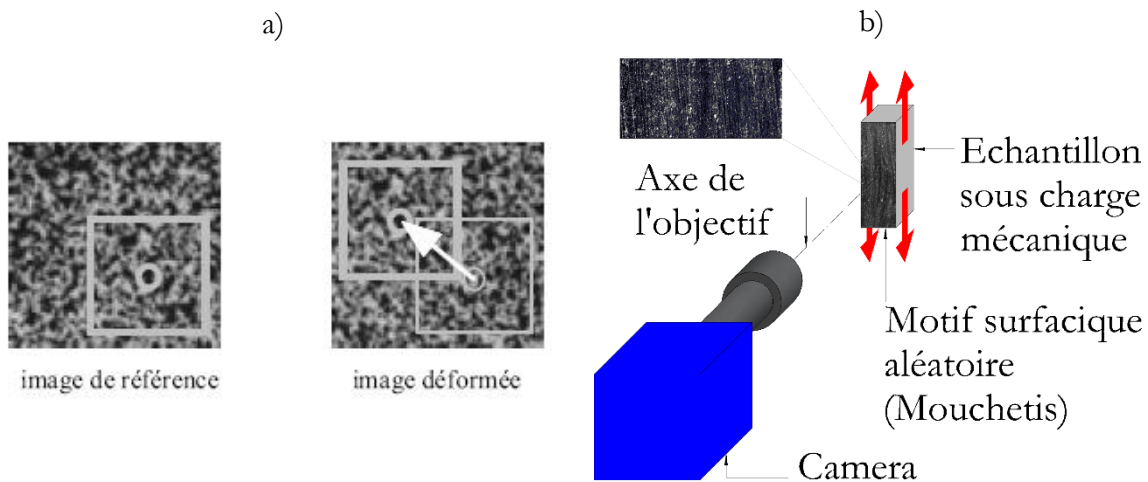


Figure 13 Principe de l'utilisation de la corrélation d'image. Localisation d'une zone de corrélation à l'intérieur d'une zone de recherche (Hild, 2004) (a) ; Exemple d'observation par CIN sur une face mouchetée d'un échantillon sollicité en traction (b)

Afin de permettre la mesure des déplacements ponctuels, les points recherchés sont définis dans l'image de référence par les niveaux de gris des pixels situés dans une zone de corrélation centrée autour du point concerné. Ensuite, la position de cette zone de corrélation est localisée sur les images déformées à l'intérieur d'une zone de recherche plus large, suite à des itérations successives (Figure 13 a). Dans ces conditions, afin de pouvoir définir et ensuite distinguer les zones de corrélation dans les images successives, il est nécessaire d'avoir une répartition aléatoire des points tant au niveau de leur forme que de leur niveau de gris, sur la surface analysée. En l'absence d'une telle surface naturellement hétérogène, cette exigence est souvent satisfaite suite à l'application d'un mouchetis sur la surface observée par CIN. Pour la présente étude, ce genre de mouchetis a été obtenu suite à l'application des taches claires sur un fond foncé (Figure 13 b). Suite à l'application du mouchetis, la mesure des déplacements et déformations a été réalisée à l'aide du logiciel Trait Cine NRJ développé au LMGC qui fonctionne suivant des principes évoqués par Watrisse et al. (Watrisse et al., 2001).

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

La première possibilité, celle de favoriser la cadence d'enregistrement, est représentée par l'utilisation d'une caméra rapide pour enregistrer le mouvement de l'échantillon pendant la sollicitation. L'avantage de cette possibilité est de pouvoir observer l'échantillon tout au long de l'essai, y compris pendant la rupture, grâce à des fréquences d'enregistrement qui peuvent varier entre 10 000 et 40 000 images par seconde. Cette méthode a été utilisée par Jebli (Jebli, 2016) pour les mêmes types d'essai mécaniques réalisés dans la présente étude, de traction et de cisaillement directs. En utilisant cette méthode, les déformations associées aux forces mesurées par la machine ont été calculées par une procédure analogue à une mesure de type extensomètre, entre deux éléments surfaciques situés dans la zone d'intérêt (Figure 14 a). Les ruptures observées à l'aide de cette méthode se sont avérées fragiles, avec une dissipation brusque de l'énergie.

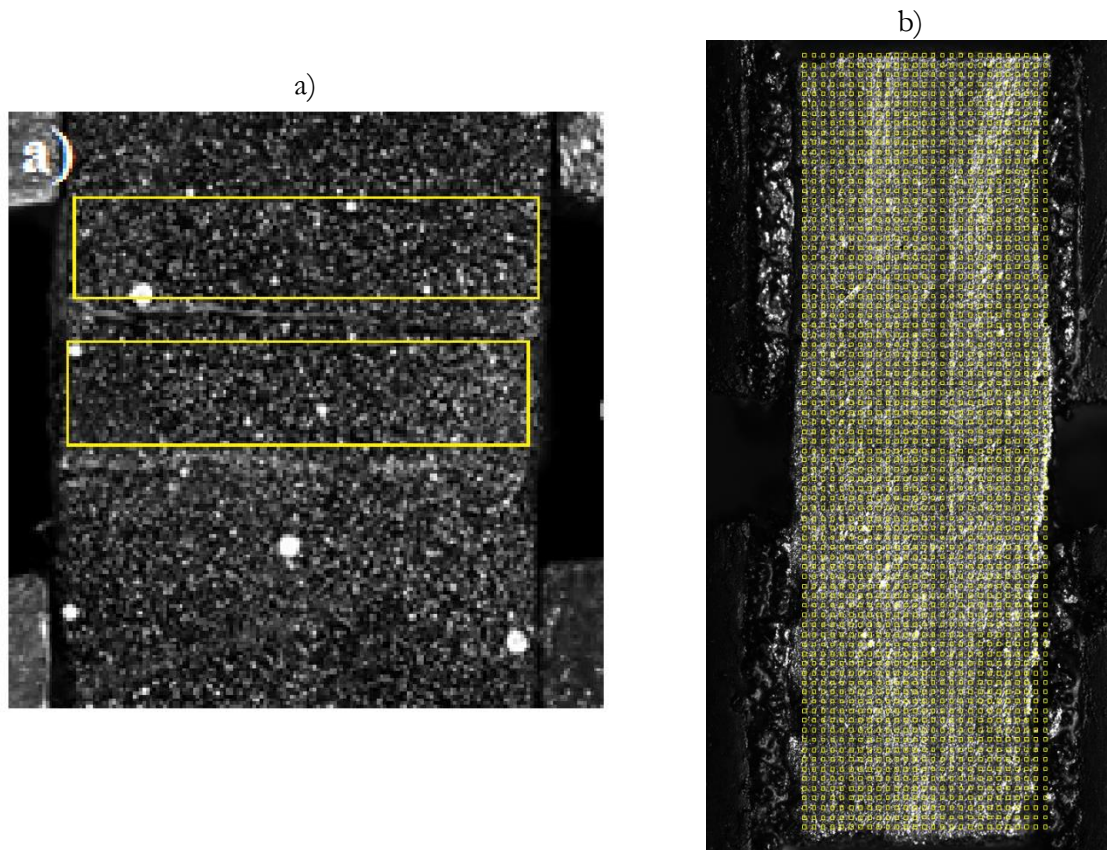


Figure 14 Zones de calcul des déplacements et déformations par CIN à l'aide d'une caméra rapide (Jebli, 2016) (a) et à l'aide d'une caméra haute résolution (b)

Par conséquent, l'utilisation d'une caméra rapide s'est avérée utile dans un premier temps pour observer la rupture des échantillons. Dans la présente étude, le même genre de rupture a été observé sur les échantillons analysés. De ce fait, en considérant le comportement à la rupture de ces échantillons connus, on a été décidé d'élargir les champs d'observation des échantillons, en augmentant la résolution surfacique des champs calculés.

Cela a été possible suite à l'utilisation d'une caméra haute résolution, avec une résolution maximale de 16 MPx, ce qui correspond à $7,7 \times 7,7 \mu\text{m}^2/\text{px}$, mais dont la cadence d'enregistrement était beaucoup plus faible, 4-5 images/seconde. En utilisant cette méthode, des champs de déplacements et déformations ont pu être calculés avec une meilleure définition sur la surface des échantillons observés, en augmentant le nombre des mesures ponctuelles réalisées (Figure 15 b).

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

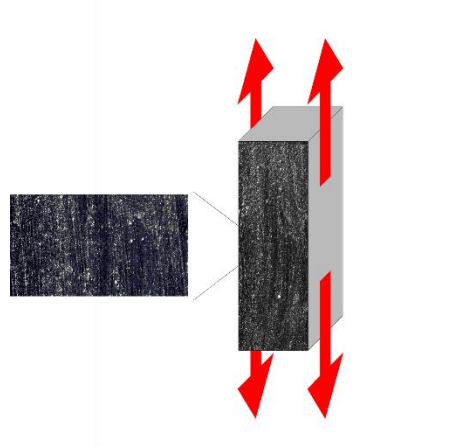


Figure 15 Exemple de mouchetis appliqué sur la surface d'un échantillon sollicité en traction

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

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

De ce fait, les types d'essais employés dans cette étude tendent à reproduire ce genre de sollicitations, afin d'explorer la capacité des matériaux à y résister. Dans le traitement de ces essais, il a été choisi de se concentrer sur le comportement des matériaux jusqu'au pic de sollicitation, favorisé par l'utilisation d'une caméra haute résolution. Il convient de signaler qu'une étude de la propagation de la fissuration est nécessaire, mais celle-ci demande une instrumentation plus complexe et pourra être abordée dans des études ultérieures.

2.5.2. Dispositif d'essai

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

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

En utilisant le dispositif général d'essai présenté dans le paragraphe 2.5.1, les essais de traction ont été réalisés suivant un schéma de chargement implémenté par Jebli (Jebli, 2016). Suivant ce schéma de chargement, l'application de la charge aux éprouvettes se fait par l'intermédiaire de plaques métalliques collées sur les faces latérales des échantillons (Figure 16).

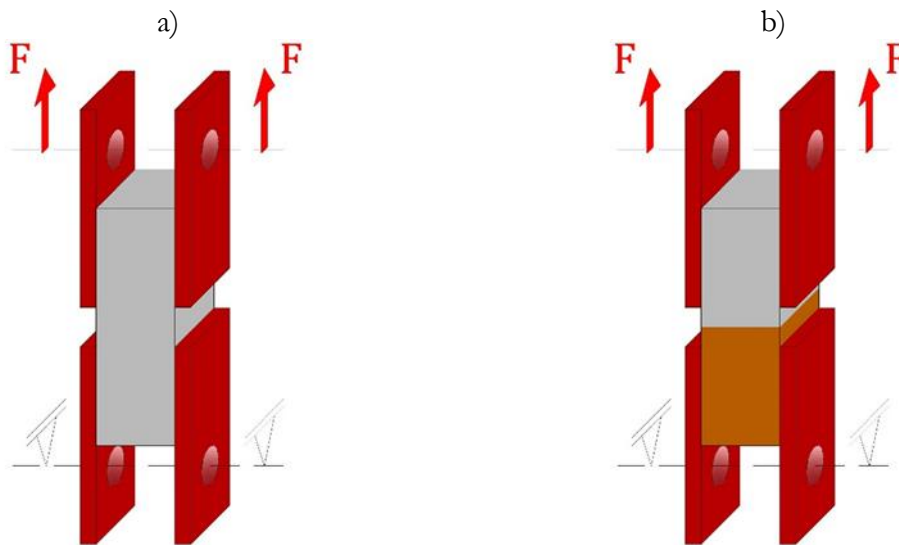


Figure 16 Schéma statique de l'essai de traction directe sur des échantillons en pâte de ciment a) et composites pâte de ciment / granulats b)

Le calcul des champs de déplacement et déformation a été réalisé sur la face de l'échantillon qui a été filmée au cours de la déformation (Figure 17). Le calcul des déformations moyennes a été réalisé pour construire les courbes contrainte/déformation dans la zone médiane de l'échantillon (Figure 17) afin d'éviter les conditions aux limites particulières aux niveaux des plaques. Le pas de maillage choisi pour le calcul de déplacement est de 50 pixels – 350 μm .

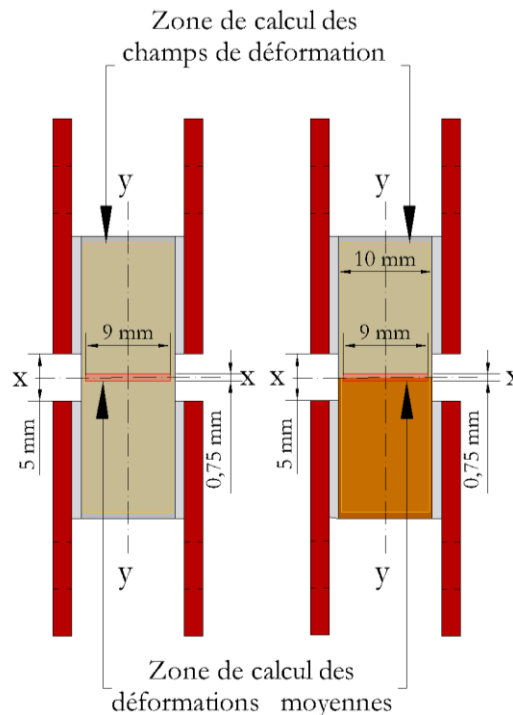


Figure 17 Vue de face de la zone d'intérêt pour la corrélation d'image des échantillons

Les champs de déplacement ont été étudiés notamment pour détecter l'apparition de la fissuration, car une fissuration importante a été remarquée sur les échantillons dégradés. Sur les champs de déplacement, les fissures sont visibles sur l'image en tant que zones de discontinuité (Figure 18).

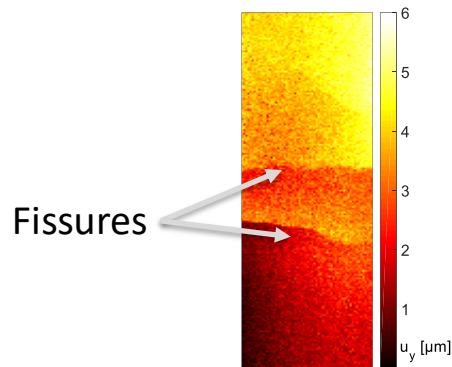


Figure 18 Fissuration d'un échantillon en pâte de ciment

2.5.2.1. Mise en forme du dispositif d'essai

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

Par conséquent, une quantité importante des essais non représentatifs pour la mesure des contraintes à la rupture réelles doivent être écartés dans l'analyse des résultats (L'honneur et al., 2019). La stratégie adoptée pour diminuer la dispersion des résultats a été d'uniformiser les conditions aux limites imposées de chargement, en limitant à la fois les défauts géométriques de collage et en réduisant leur influence sur l'uniformité du chargement.

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

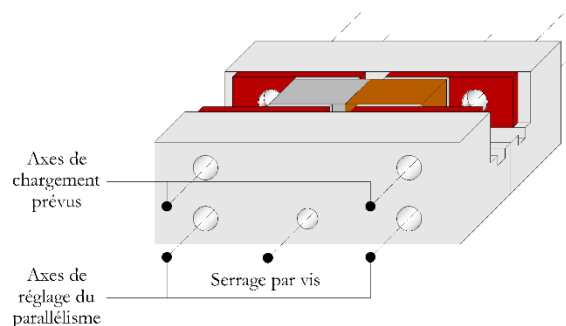


Figure 19 Montage de collage à base de deux demi-boîtes guidées

Le montage de collage utilisé est composé de deux demi-boîtes rigides et guidées (Figure 19 b). Les deux axes de réglage du parallélisme situés dans la partie inférieure du montage étaient destinés à permettre seulement la translation relative des demi-boîtes. Les quatre plaques de fixation étaient ensuite positionnées à l'intérieur du bâti avec les deux mors écartés. L'ensemble était ensuite serré par l'intermédiaire de la vis située dans la partie inférieure. Ce montage a permis de régler de manière satisfaisante le parallélisme des plaques et des axes d'application du chargement et a été retenu pour être utilisé dans la préparation des échantillons pour les essais.

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

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

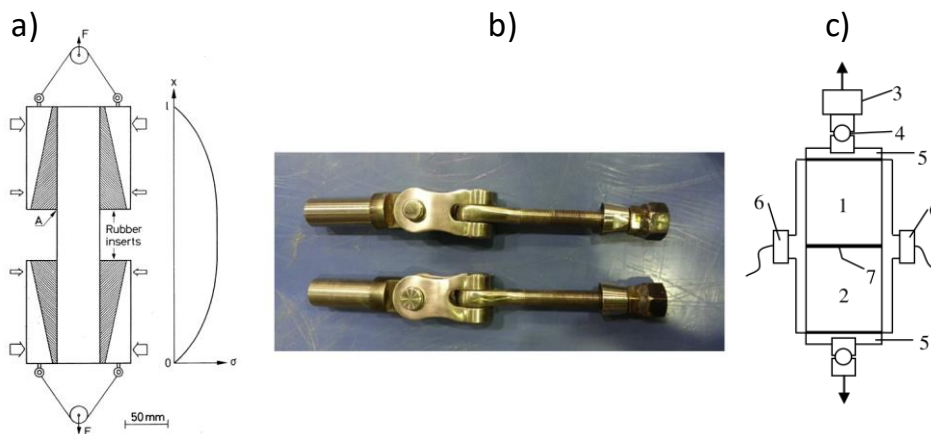


Figure 20 Différents dispositifs utilisés pour résoudre le problème d'excentricité du chargement lors d'un essai de traction sur le béton (Alhussainy et al., 2016; Dong et al., 2016; Petersson, 1981)

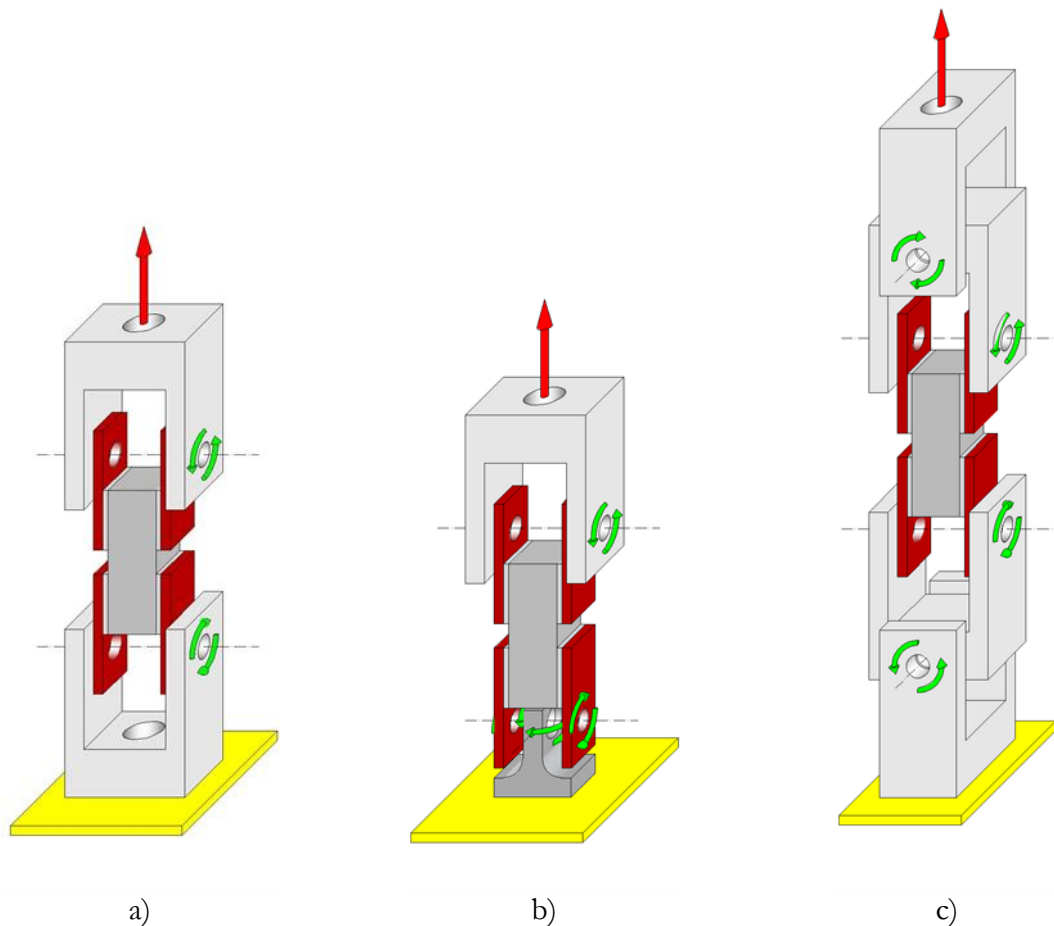


Figure 21 Dispositif de traction : configurations testées pendant l'étude

Pour pallier ce défaut, il était nécessaire d'ajouter un mécanisme afin de permettre un chargement centré. En effet, ce problème de centrage de la charge est connu et a été évoqué dans la littérature comme une difficulté majeure dans la réalisation des essais de traction sur béton (Mier and Vliet, 2002). Plusieurs solutions, dont on va citer brièvement trois, ont donc été proposées. Un montage avec deux poulies et câbles liés aux plaques de fixation a été utilisée par Petersson (Petersson, 1981) (Figure 20 a). Alhussainy (Alhussainy et al., 2016) a utilisé deux joints universels qui libèrent les rotations (Figure 20 b) tandis que des rotules sphériques ont été employées par (Dong et al., 2016; Ferro, 1994) (Figure 20 c)

Le dispositif de chargement utilisé est bi-articulé dans les parties supérieure et inférieure (Figure 21 c). Cela a été réalisé par le rajout de deux pièces en U percées au montage initial, liées aux pièces U fixes par l'intermédiaire de deux pivots. Ainsi, aux deux bouts de l'échantillon, les rotations sont libérées autour de deux axes orthogonaux perpendiculaires à la direction de chargement.

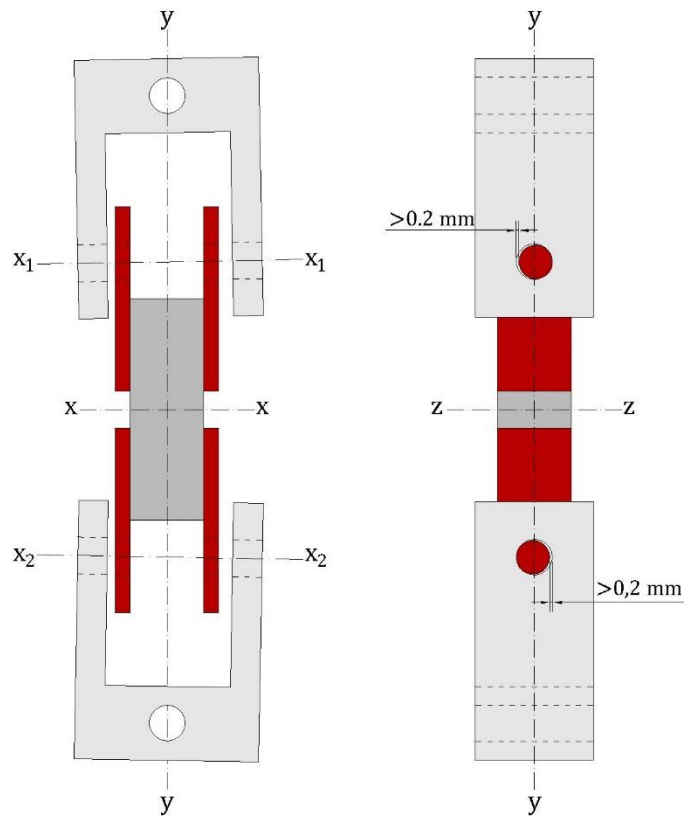


Figure 22 Mise en place de l'échantillon pour le cas des défauts géométriques maximums

Du point de vue géométrique, l'avantage de cette dernière configuration est la possibilité d'obtenir un chargement parallèle à l'axe longitudinale de l'échantillon malgré les défauts géométriques. En effet, le premier pivot permet d'appliquer la charge aux quatre plaques, tandis que le deuxième pivot permet à l'échantillon de s'aligner verticalement. En outre, en laissant un jeu supérieur aux défauts géométriques dans le plan transversal entre les axes de chargement et les trous des pièces U, le positionnement de l'échantillon est libre (Figure 22).

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

Ensuite, afin d'évaluer l'effet de l'utilisation du montage de collage et du dispositif de chargement bi-articulé avec 2 pivots, la distribution statistique des forces à la rupture des échantillons en pâte de ciment a été étudiée (Figure 23). Cela a été réalisé en comparant les résultats obtenus suite à l'utilisation de ces accessoires, avec ceux obtenus sur la configuration initiale.

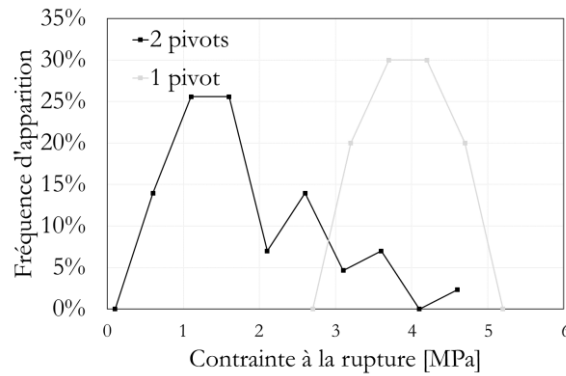


Figure 23 Fréquence d'apparition des forces à la rupture obtenue avec la configuration avec 2 pivots et avec la configuration un pivot

Pour la configuration initiale, avec 1 pivot et sans montage de collage, un lot de 50 échantillons a été étudié. On observe une forte dispersion des contraintes à la rupture avec des densités de fréquences importantes répandues entre 1 MPa et 4 MPa. Pour la deuxième configuration avec montage de collage et deux pivots, un lot de 10 échantillons a été étudié. On remarque une distribution statistique monophasique qui converge vers la moyenne de 3,9 MPa. Cette valeur est rapprochée de celle qui correspond à un autre pic de fréquence secondaire sur la configuration avec 1 pivot et sans montage de collage, pour une valeur de 3,6 MPa. Pourtant, pour cette configuration, seulement 15% des valeurs sont concentrées autour du pic de 3,6 MPa, alors que pour la configuration avec 2 pivots la totalité des valeurs est située autour de la moyenne de 3,9 MPa. Donc, on peut conclure que l'utilisation du montage de collage et le rajout d'un pivot a eu comme conséquence une amélioration considérable de la répétabilité sur la force à la rupture de la pâte.

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

2.6. Conclusion

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

Dans ce sens, afin d'évaluer le comportement mécanique du béton dégradé à l'échelle locale de la liaison pâte/granulat, l'analyse de la dégradation chimique est nécessaire au préalable. De ce fait, plusieurs aspects connexes ont été abordés afin de rendre possibles et représentatives les observations conduites. Il s'agit globalement de préparer et conditionner des échantillons avec des configurations adaptées pour permettre des analyses à l'échelle de la microstructure et des essais mécaniques à l'échelle locale. La mesure des épaisseurs dégradés est destinée à déterminer la cinétique de dégradation. En ce qui concerne les essais mécaniques, ils sont réalisés pour analyser les rigidités et les résistances de la liaison pâte/granulat et de la pâte. Une adaptation des dispositifs

d'essai à l'échelle locale a été réalisée pour étendre le champ d'observation et augmenter la représentativité des résultats.

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

La cinétique de dégradation est définie par l'évolution de l'épaisseur dégradée en fonction du temps, déterminée à partir de l'analyse d'images des sections transversales. L'emploi de l'analyse d'images pour la mesure de l'épaisseur dégradée est facilitée par le contraste entre le niveau de gris de la zone dégradée et celui de la zone saine.

Les essais mécaniques quant à eux, ont été couplés avec la corrélation d'image numérique (CIN) pour le calcul des déplacements et déformations. La mesure des déplacements et déformations par CIN a été réalisée à l'aide d'une caméra haute résolution, dans l'objectif d'obtenir une précision satisfaisante des champs de déplacements et de déformations locaux et globaux. A l'aide de cette méthode, sont obtenues des courbes contraintes/déformations à partir desquelles les propriétés mécaniques des échantillons sont déterminées, mais aussi des champs de déplacements et déformations.

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

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

a été conçu afin d'assurer une uniformité satisfaisante des charges réparties aux deux interfaces, situées à droite et à gauche du bloc central.

En faisant un bilan des aspects présentés, ce protocole expérimental a une vocation de base, celle de permettre l'évaluation de l'effet de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale.

3. Résultats et discussion

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

Dans un premier temps, la cinétique de dégradation des échantillons est analysée. L'objectif de base consiste à déterminer, pour plusieurs durées de dégradation, le taux de dégradation chimique de l'ITZ et de la pâte de ciment qui est une variable caractéristique pour l'avancement de la dégradation.

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

Après cette étape, l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte granulat et de la pâte est évalué en lien avec le taux de dégradation chimique.

3.1. Cinétique de dégradation

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

Les profils de niveaux de gris ont été tracés le long de la médiane de la section transversale, conformément à la méthode présentée dans le paragraphe 2.4. Sur ces profils de niveaux de gris, la mesure des épaisseurs dégradées de la pâte e_{dp} et à l'interface e_{di} a été possible grâce à la délimitation des zones saine et dégradées.

Des images des sections transversales des échantillons en pâte de ciment, ainsi que les profils de niveaux de gris associées, chaque durée de dégradation sont présentés dans la Figure 24.

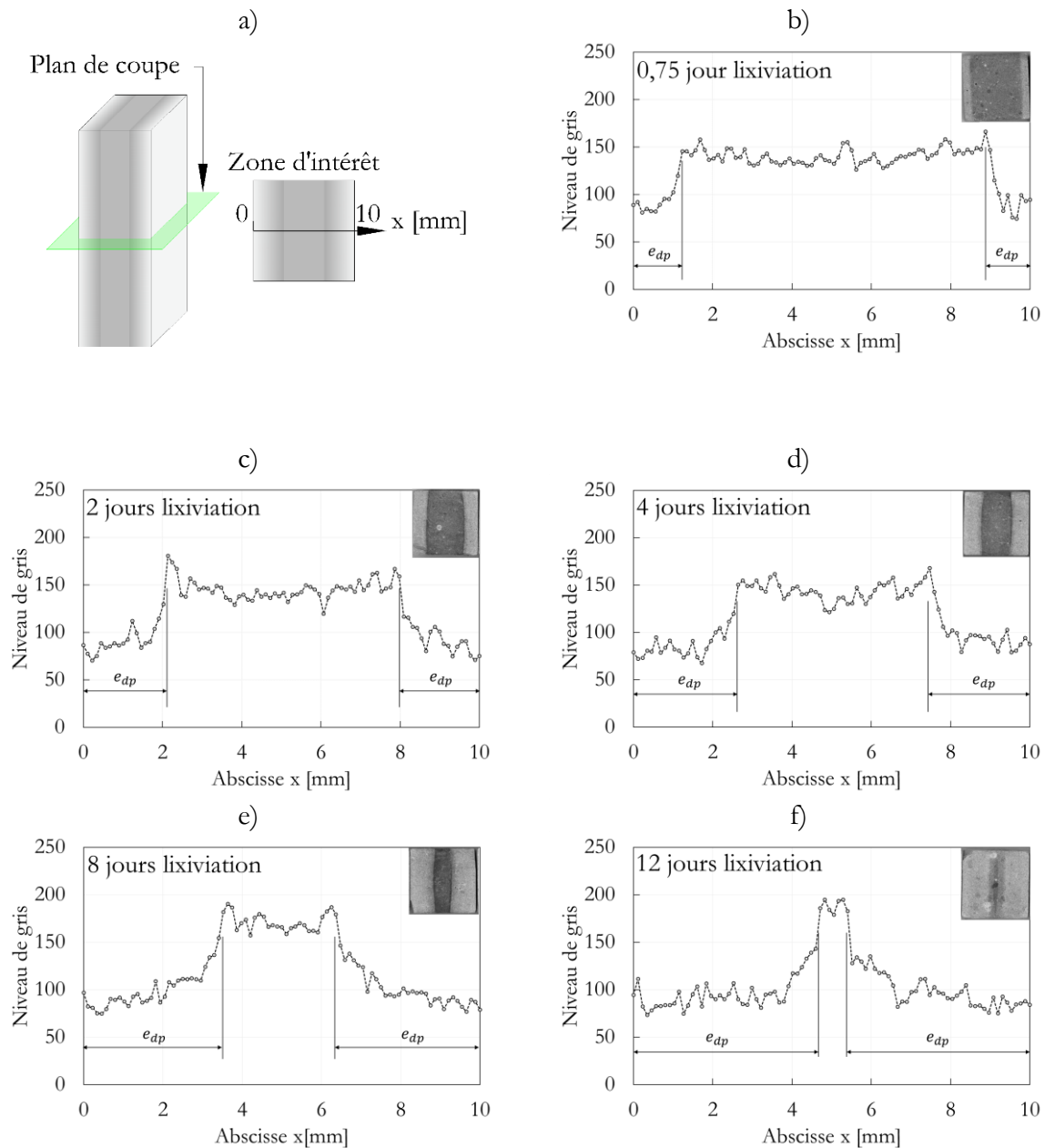


Figure 24 Évolution du niveau de gris sur la médiane de la section transversale des échantillons en pâte. Principe de la mesure (a) ; Échantillons en pâte de ciment après 0,75 jour (b), 2 jours (c), 4 jours (d), 8 jours (e) et 12 jours (f) de lixiviation

Dans cette figure, on observe que le niveau de gris est élevé dans la zone saine tandis qu'il est plus réduit dans la zone dégradée. Dans la zone dégradée, il existe une zone intermédiaire où la décroissance du niveau de gris est rapide et varie entre la valeur élevée rencontrée dans la zone saine et la valeur réduite rencontrée à l'extrémité de la zone dégradée.

Une fois la mesure des épaisseurs dégradées obtenue par analyse d'image réalisée, on a pu déterminer la cinétique de dégradation par l'intermédiaire de la relation entre l'épaisseur dégradée et la racine carrée du temps, illustrée dans la Figure 25. Dans cette figure, on observe que l'évolution de l'épaisseur dégradée en fonction de la racine carrée de temps peut être approximée par une droite. La proportionnalité de l'épaisseur dégradée par rapport à la racine carrée du temps est une conséquence du caractère diffusif de la cinétique de lixiviation en solution de nitrate d'ammonium

(Carde et al., 1996; Mainguy et al., 2000; Nguyen, 2005). Dans notre cas, on peut approcher la valeur de l'épaisseur dégradée de la pâte e_{dp} en fonction du temps par :

$$e_{dp} = 1,35 * \sqrt{j} \quad (3.1)$$

où j est la durée de dégradation exprimée en jour.

Grâce à la connaissance de l'épaisseur dégradée, il est nécessaire de définir l'état d'avancement de la dégradation par une variable qui peut être associée à l'évolution des propriétés mécaniques. Cette variable est représentée par le taux de dégradation chimique $\delta_{p\grave{a}te}(t)$, calculé pour chaque durée de dégradation t , et défini comme étant le rapport entre l'aire de la surface dégradée de la section transversale $A_{d\ p\grave{a}te}(t)$ et l'aire totale de la section transversale A_t :

$$\delta_{p\grave{a}te}(t) = \frac{A_{d\ p\grave{a}te}(t)}{A_t} = \frac{2 * e_{dp}(t) * l}{l^2} = \frac{2 * e_{dp}(t)}{l} \quad (3.2)$$

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

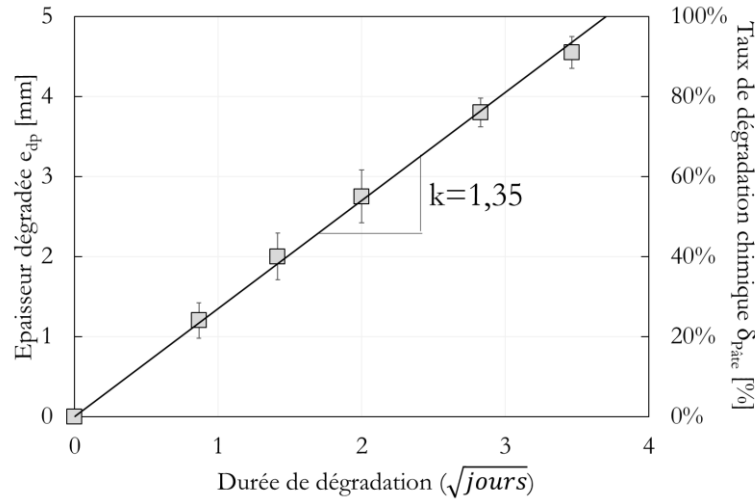


Figure 25 Cinétique de dégradation de la pâte

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

Suite à la mesure des épaisseurs dégradées sur des échantillons en pâte, les épaisseurs dégradées ont été mesurées aussi sur des échantillons composites. Pour ces échantillons composites, les profils des niveaux de gris obtenus à l'interface et au cœur de la pâte de ciment pour des différentes durées de dégradation sont présentés dans la Figure 26. La méthode par laquelle ces profils ont été obtenu est présentée dans le paragraphe 2.4.

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

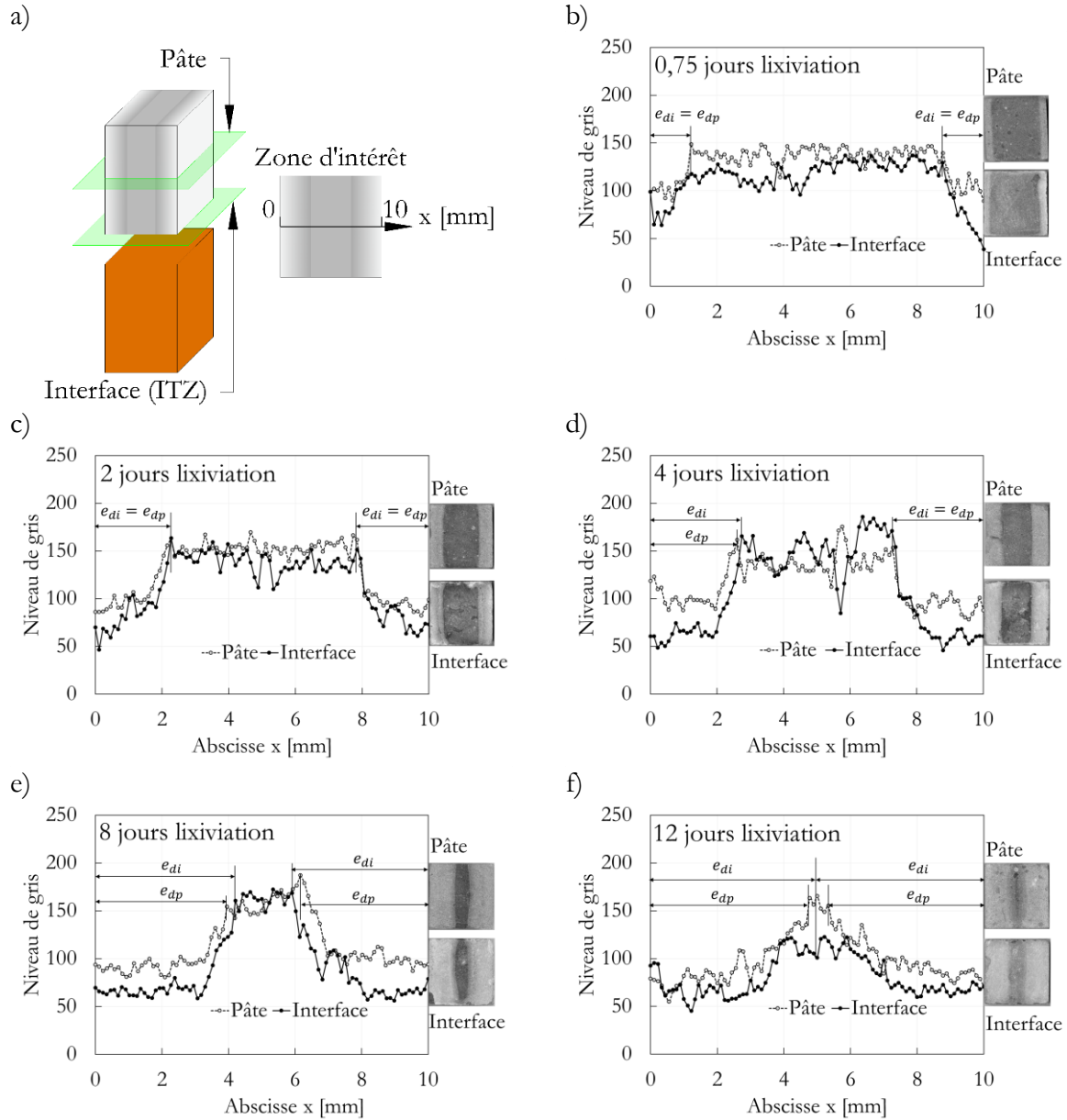


Figure 26 Évolution du niveau de gris sur la médiane des sections transversales des échantillons composites, à l'interface et dans la pâte. Principe de la mesure (a) ; Échantillons en composites après 0,75 jour (b), 2 jours (c), 4 jours (d), 8 jours (e) et 12 jours de lixiviation (f)

L'épaisseur dégradée mesurée à l'interface e_{di} a été considérée représentative pour l'ITZ, car elle a été mesurée à l'interface. A partir de cette épaisseur dégradée de l'ITZ, le taux de dégradation chimique de l'ITZ, δ_{ITZ} a été calculé d'une manière analogue à celui de la pâte (relation (3.2)). En ce qui concerne l'épaisseur dégradée mesurée au niveau du cœur de la pâte sur les échantillons composites, elle est similaire à celle mesurée sur des échantillons en pâte pure.

Par la suite, afin d'évaluer l'évolution relative du taux de dégradation chimique de l'ITZ par rapport à celui de la pâte, le rapport entre ces deux grandeurs a été calculée pour chaque échantillon

composite. Donc, dans la Figure 27, l'évolution de ce rapport relatif moyen est représenté en fonction du taux de dégradation moyen de la pâte associé à la même durée de dégradation.

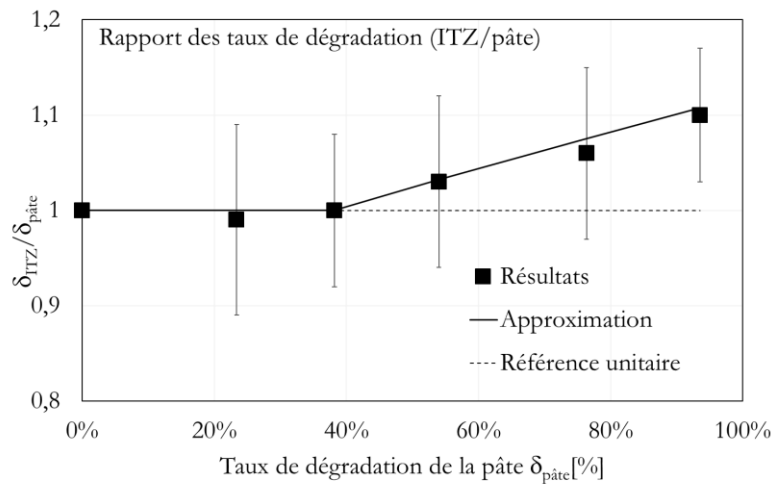


Figure 27 Évolution dans le temps du rapport entre l'épaisseur dégradée de l'interface et de la pâte

Dans cette figure, on observe que dans le domaine des taux de dégradation inférieures à 40%, le rapport entre le taux de dégradation chimique de l'ITZ et celui de la pâte est quasiment unitaire. Pour des taux de dégradation chimique supérieures à 40%, la cinétique de dégradation de l'ITZ s'accélère jusqu'à atteindre un rapport maximum d'environ 1,1. En effet, à ce moment-là, l'ITZ est dégradée en intégralité (Figure 26), tandis que, dans le cœur de la pâte de ciment, on remarque encore une zone saine.

Lors de l'ensemble des observations réalisées dans ce paragraphe, la cinétique de dégradation chimique modélisée de la pâte et de l'ITZ est présentée sur la Figure 28. Cette cinétique de dégradation est représentée par l'évolution temporelle du taux de dégradation chimique. Les taux de dégradation chimique de l'ITZ et de la pâte coïncident au début et sont proportionnels à la racine carrée du temps. L'accélération de la cinétique de dégradation de l'ITZ est une conséquence de l'augmentation de la diffusivité. Ce phénomène se produit dans un premier temps suite à l'augmentation importante de la porosité générée par la dissolution de la portlandite au niveau de l'ITZ dégradé. Un autre facteur qui peut accélérer de manière supplémentaire la cinétique de dégradation de l'ITZ est la fissuration de l'interface. En effet, à partir de 8 jours de lixiviation, les échantillons deviennent préfissurés, suite à la dégradation chimique. Cependant, l'effet supplémentaire de la fissuration sur l'accélération de la cinétique de dégradation de l'ITZ n'est pas significatif.

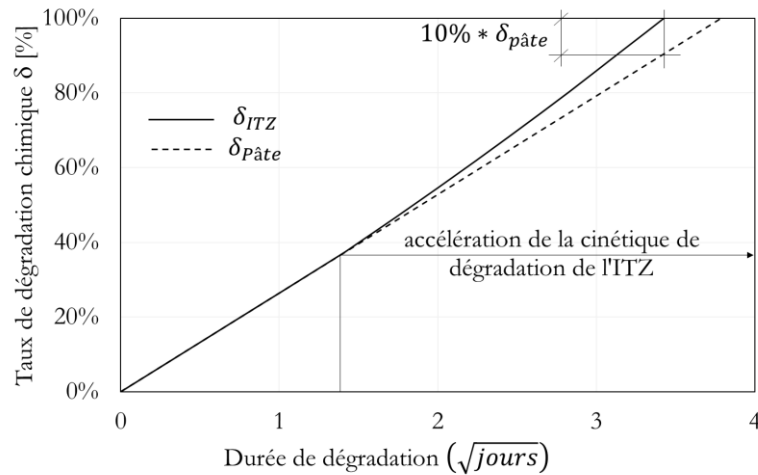


Figure 28 Cinétiques de dégradation modélisées de l'ITZ et de la pâte

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

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

On mentionne que les échantillons composites coulés verticalement ont été employés pour les essais du fait d'une liaison pâte/granulat plus résistante que dans le cas des composites coulés horizontalement. Le choix de ce type de composite a permis de préserver une adhésion suffisante entre pâte et granulat pour des taux de dégradation importants, afin de pouvoir observer la perte d'adhésion à l'interface sur un domaine suffisamment étendu.

3.2.1. Evolution des propriétés mécaniques

Dans l'objectif d'accéder aux courbes contrainte/déformation représentatives des échantillons, l'orientation des échantillons par rapport à la caméra a été choisie afin de permettre une sollicitation uniforme des zones saine et dégradées. Dans cette optique, la Figure 29 montre l'orientation des faces des échantillons dégradés observées par corrélation d'images numériques lors des essais de traction.

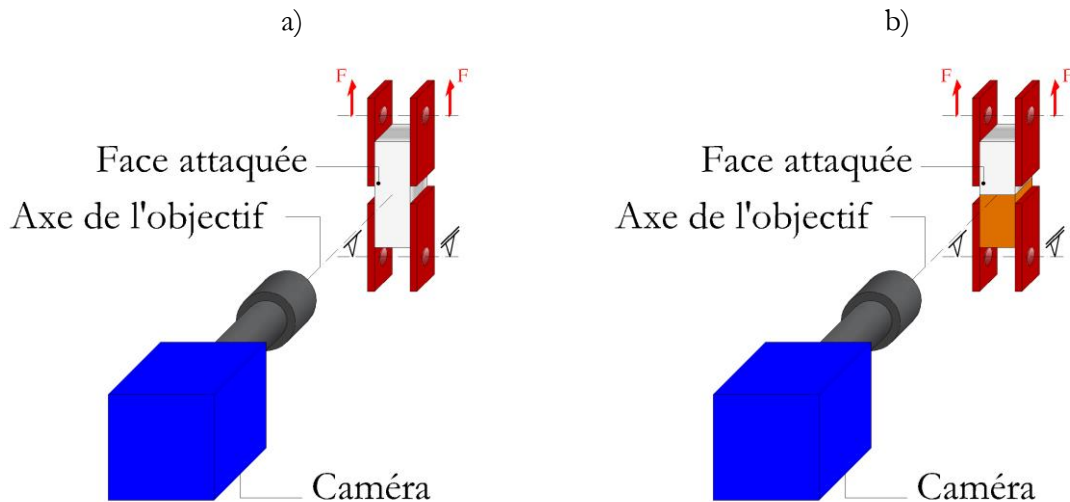


Figure 29 Manière de réaliser l'essai de traction avec corrélation d'image numérique sur un échantillon en pâte de ciment (a) et composite pâte de ciment/granulat (b)

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

Suite à l'emploi de cette configuration pour le chargement et l'observation des déformations, des courbes contraintes déformation ont été obtenues. Les contraintes et les déformations ont été calculées de la même manière que pour les échantillons sains, conformément aux relations. La Figure 30 montre des courbes contrainte/déformation des échantillons en pâte de ciment et composites pour des différents taux de dégradation. Contrairement aux échantillons sains pour lesquels les courbes contrainte/déformation ont été obtenues par approximation linéaires, celles des échantillons composites ont été déterminées par approximation polynomiale à partir des courbes brutes. Le choix de ce type d'approximation est justifié par les changements des pentes qui sont observés sur ces courbes.

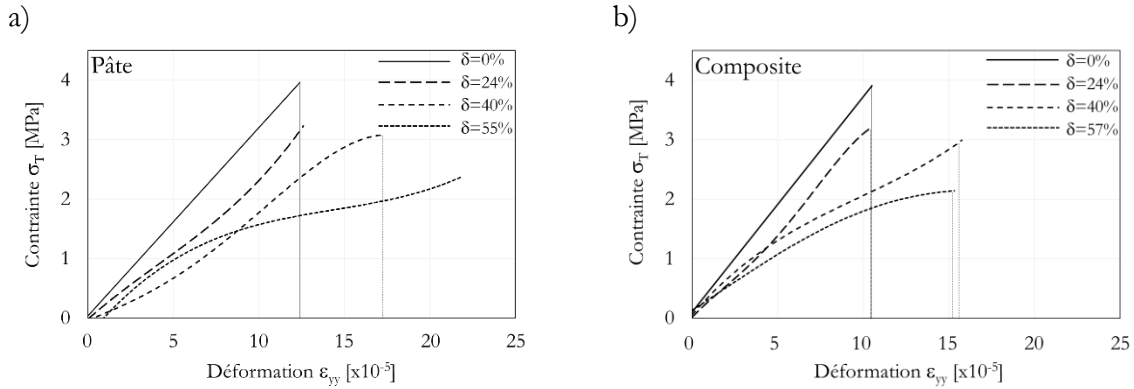


Figure 30 Courbe contrainte/déformation des échantillons dégradés en pâte de ciment (a) et composites (b)

Sur ces courbes contrainte/déformation, on observe, au sens large, que les échantillons deviennent moins résistants et moins rigides quand les taux de dégradation augmentent. En ce qui concerne les échantillons dégradés, leur courbes contrainte/déformation présentent des portions de courbe non linéaires dont l'étendue augmente avec la croissance du taux de dégradation. La partie non linéaire manifestée par l'adoucissement de la courbe est une conséquence de la fissuration. Cet aspect sera discuté dans le paragraphe 3.2.2.

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

Le module d'Young des échantillons a été obtenu dans la partie pré-fissuration des courbes contrainte/déformation, où le comportement est assumé linéaire élastique. Un tel exemple de courbe est présentée dans la Figure 34.

Suite à la détermination des modules d'Young des échantillons, leur évolution en fonction du taux de dégradation chimiques est présentée dans la Figure 31, pour la pâte et pour le composite.

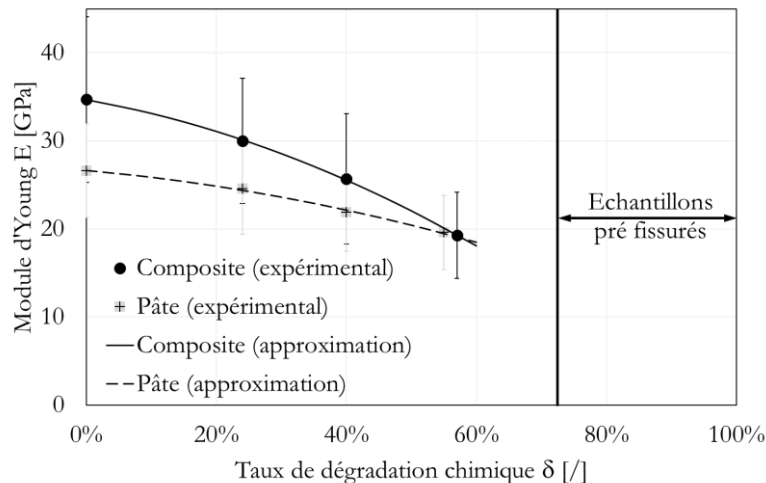


Figure 31 Évolution du module d'Young de la pâte et du composite en fonction du taux de dégradation chimique

Dans cette figure, l'évolution des modules d'Young des échantillons en pâte de ciment et composites ont été approximées par des courbes polynomiales. C'est une approche similaire avec celle employée par d'autres auteurs dans la littérature (Carde and François, 1997a; Le Bellégo, 2001;

Nguyen, 2005) qui ont étudié l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires (pâte, mortier ou béton), en compression ou en flexion. Ces auteurs trouvent généralement une évolution linéaire de la rigidité et de la résistance en fonction du taux de dégradation à des échelles différentes (de cylindres de 10 mm à des poutres de 40x320 mm en section). Dans notre cas, l'évolution des modules d'Young des échantillons a été approximée par des courbes polynomiales, car la pente décroissante s'accroît en augmentant le taux de dégradation.

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

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

En ces conditions, afin de pouvoir évaluer l'influence de l'ITZ sur la perte de rigidité de la liaison pâte de ciment/granulat, on a décidé de se rapporter au cas d'une liaison parfaite. Le modèle avec deux ressorts liés en série (pâte et granulat) permet de calculer le module d'élasticité équivalent du composite dans l'hypothèse d'un contact parfait pour chaque niveau de dégradation. Ce module imaginaire du composite idéal avec liaison parfaite a été calculé en fonction du taux de dégradation chimique. Pour un taux de dégradation chimique δ donné, le module d'Young du composite idéal $E_{cp}(\delta)$ a été calculé à partir du module de la pâte correspondant au même taux de dégradation chimique $E_p(\delta)$ et du module d'Young du granulat E_g suivant un raisonnement similaire à celui qui a été présenté dans le chapitre :

$$E_{cp}(\delta) = \frac{1}{\frac{1}{E_p(\delta)} + \frac{1}{E_g}} \quad (3.3)$$

Après le calcul du module d'Young du composite idéal par cette formule, les évolutions des modules d'Young des composites idéaux et réels sont montrées en parallèle dans la Figure 32. Dans cette figure, on observe que le module d'Young du composite réel est inférieur à celui du composite idéal pour les taux de dégradations observés. Suite à la lixiviation, la différence entre les modules d'Young des deux composites augmente, témoignant d'une dégradation importante de la liaison pâte de ciment/granulat réelle. En effet, la différence entre le module d'Young du composite idéal et celui du composite réel provient de la souplesse de l'ITZ, ainsi que de sa dégradation chimique importante. À l'état sain, la composition chimique de l'ITZ rend la liaison pâte/granulat moins rigide par rapport à la pâte à cause de la concentration importante en portlandite. Cette espèce chimique a des propriétés cohésives inférieures aux C-S-H qui sont prédominants dans le cœur de

la pâte. Ensuite, à l'état dégradé, suite à la dissolution totale de la portlandite, la rigidité de la liaison pâte de ciment/granulat est plus affectée que celle de la pâte de ciment, du fait de l'augmentation importante de la porosité.

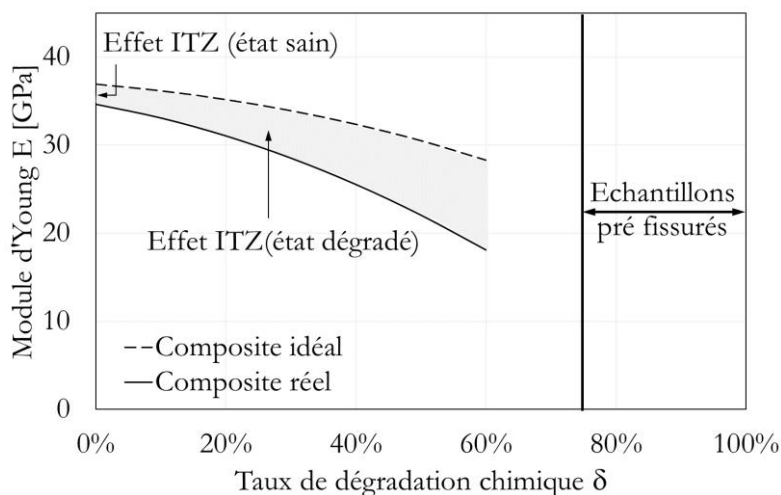


Figure 32 Évolution du module d'Young équivalent idéal (contact parfait) et réel du composite

Dans le cadre de l'étude des propriétés mécaniques des échantillons dégradés, après le module d'Young, on s'est concentré sur les contraintes à la rupture. Dans ce sens, l'évolution de la contrainte à la rupture des échantillons en pâte et composite en fonction du taux de dégradation chimique est illustrée dans la Figure 33.

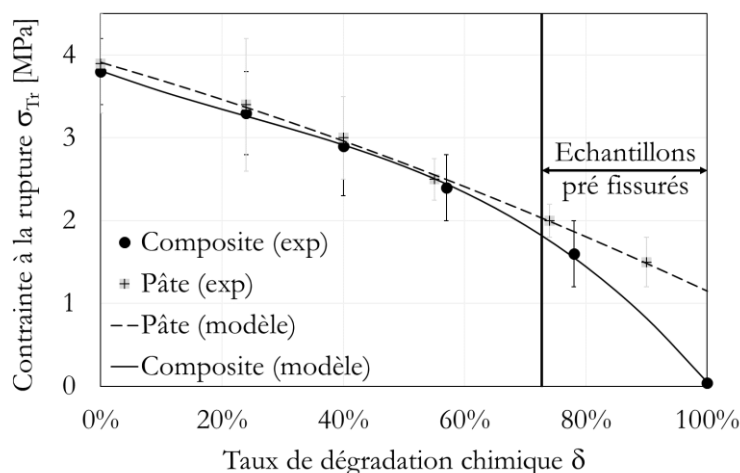


Figure 33 Évolution de la contrainte nominale à la rupture de la pâte en fonction du taux de dégradation chimique

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

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

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

3.2.2. Observation de la fissuration

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

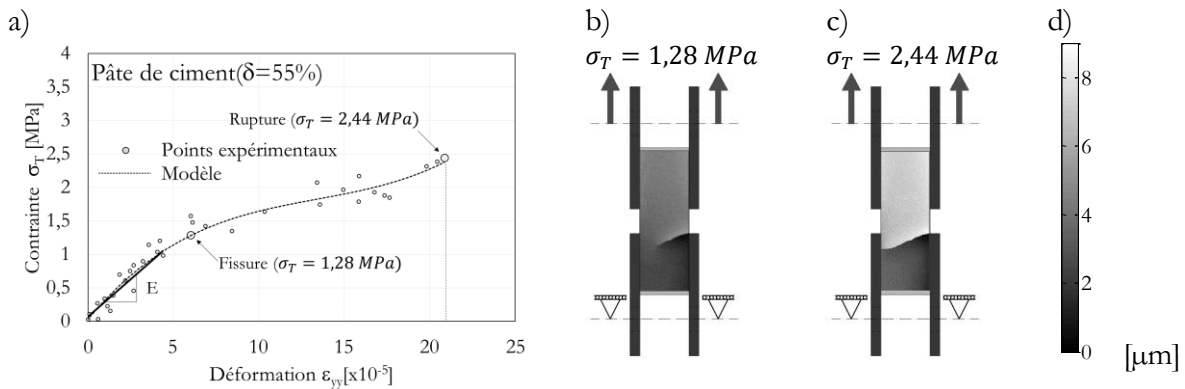


Figure 34 Illustration de l'effet de la fissuration sur les courbes contrainte/déformation de la pâte. Courbe contrainte/déformation (a) ; champ de déplacements verticaux u_y au moment de l'apparition de la fissure (b) ; champ de déplacements verticaux u_y avant la rupture (c) ; échelle de couleur associée aux champs de déplacements

Par conséquent, afin de pouvoir évaluer l'effet de la fissuration sur les propriétés mécaniques des échantillons, les courbes contrainte/déformation ont été confrontées avec les champs de déplacement. La Figure 34 présente une courbe contrainte/déformation d'un échantillon en pâte pour un taux de dégradation $\delta = 56\%$, ainsi que les champs de déplacement après l'ouverture de la fissure et avant la rupture. Sur la même figure est illustrée aussi la façon d'obtenir le module d'Young à partir de la partie linéaire de la courbe, la pré-fissuration.

Dans cette figure, on observe que l'apparition de la fissure sur la face observée a comme conséquence l'adoucissement de la pente de la courbe contrainte/déformation. Ce phénomène est observé sur une partie des échantillons dégradés. Sur le reste des échantillons, les courbes contrainte/déformation présentent un changement de pente dans l'autre sens. Après la partie linéaire, la pente devient plus raide ou même change de sens. Sur ces échantillons, probablement la fissuration apparaît sur la face postérieure, non observée.

Afin d'offrir une image des différents types des fissures qui sont observées sur les échantillons en pâte, dans la Figure 35 trois champs de déplacements à l'instant avant la rupture des 3 échantillons différents pour un taux de dégradation de 57% sont présentés.

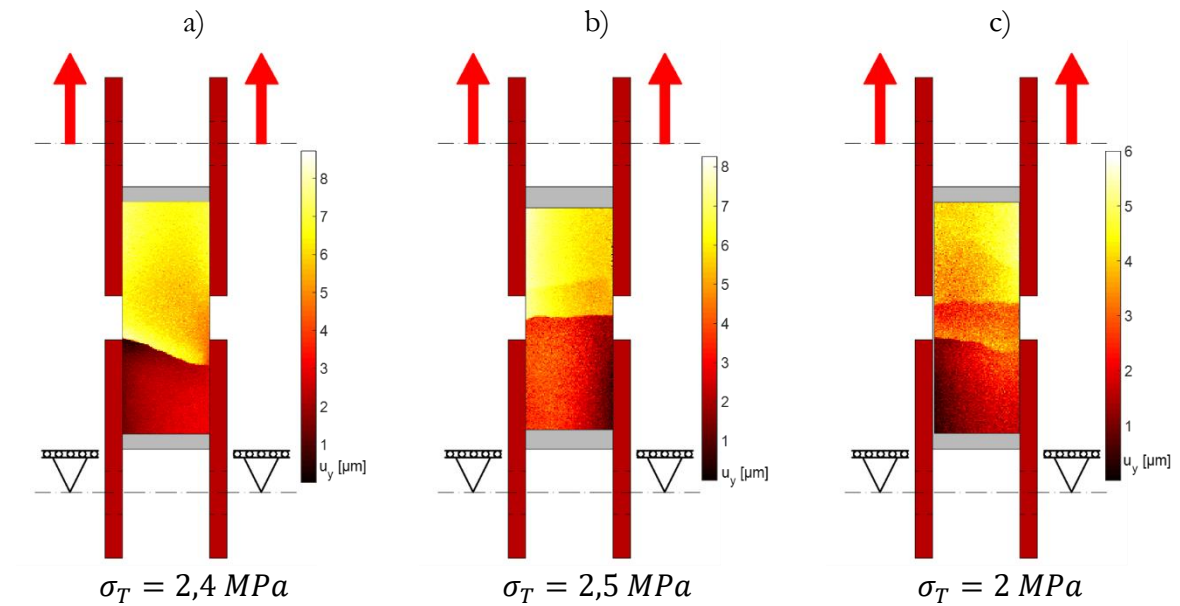


Figure 35 Exemples de champs de déplacements des échantillons en pâte de ciment fissurés avant la rupture

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

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

Afin d'évaluer l'influence de la fissuration sur la contrainte à la rupture de la pâte, la Figure 36 montre l'évolution de la contrainte à la rupture et de la contrainte à la fissuration en fonction du taux de dégradation chimique. En comparant les deux courbes, on remarque que la contrainte à la fissuration chute plus rapidement et même atteint la valeur nulle, pour le taux de dégradation pour lequel les échantillons deviennent pré fissurés avant le chargement. Il faut noter que malgré une décroissance plus rapide de la contrainte à la fissuration, la décroissance de la contrainte à la rupture ne s'accélère de manière significative et garde un aspect quasi linéaire.

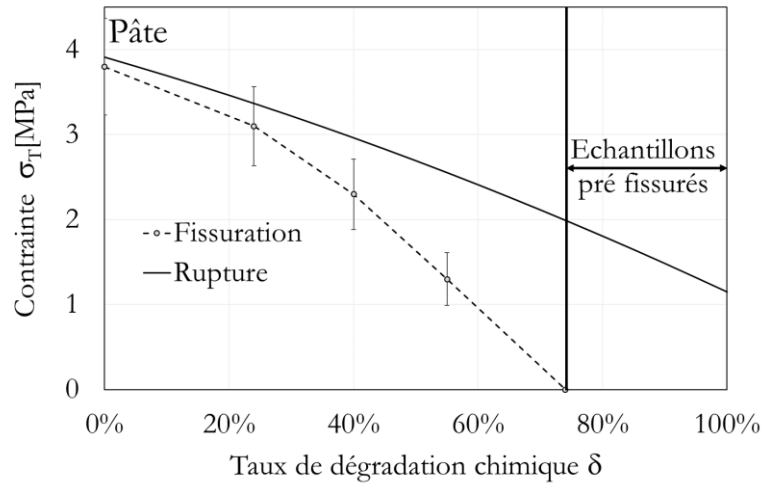


Figure 36 Évolution de la contrainte à la fissuration de la pâte de ciment

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

Or, dans notre cas, la fissuration est observée dans la partie dégradée. En effet, l'origine de la résistance résiduelle importante après l'ouverture des fissures dans la zone dégradée se trouve dans la manière de charger cette zone. Dans la présente étude, la configuration de l'essai implique un chargement en parallèle de la zone saine et des zones dégradées qui peut être modélisé par des ressorts (Figure 37a). Lors d'un tel chargement en parallèle, en considérant des collages parfaits avec les plaques de chargement, les déformations des différents ressorts associées aux zones saines et dégradées sont égales. Par conséquent, la force supportée par chaque ressort est proportionnelle à sa rigidité. Dans le cas de cet essai, les fissures observées se trouvent sur la face filmée, celle qui a été en contact avec la solution agressive, et donc la zone la plus dégradée chimiquement. Le ressort qui correspond à cette zone supporte une partie réduite de la charge totale, car elle est proportionnelle à sa rigidité réduite. Donc, la redistribution des contraintes apparue suite à la fissuration a une ampleur réduite et n'est pas suffisante pour générer une excentricité significative du chargement (Figure 37 b). A part cela, la pâte de ciment CEM I dégradée présente une déformabilité supérieure à celle de la pâte saine (Heukamp et al., 2003), ce qui peut retarder la propagation de la fissure dans la profondeur. Tous ces aspects cumulés peuvent en effet avoir comme conséquence la limitation de la fissuration à une zone superficielle jusqu'à l'approche de la rupture finale. Cela explique la résistance significative des échantillons après l'ouverture des fissures.

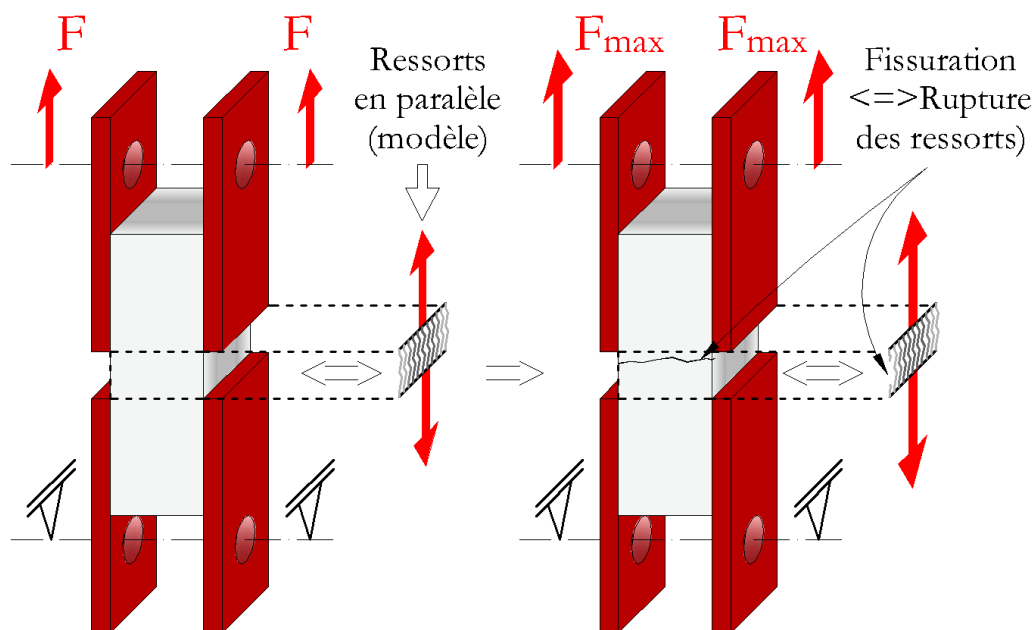


Figure 37 Illustration du chargement et de la fissuration d'un échantillon en pâte de ciment.

Après l'interprétation de l'influence de la fissuration sur le comportement des échantillons en pâte pendant l'essai de traction, le même type de discussion sera conduite pour les composites. Dans le cas des composites, la notion de contrainte à la fissuration n'a pas de pertinence pour caractériser la liaison pâte/granulat, car les fissures se produisent non seulement à l'interface pâte/granulat, mais aussi dans la pâte. Pourtant, un nombre important d'échantillons présentent des fissures à l'interface et ce nombre a été comptabilisé. La Figure 38 montre un champ de déplacement d'un échantillon composite fissuré à l'interface avant la rupture. Contrairement aux fissures dans la pâte de ciment, les fissures à l'interface apparaissent sur toute la largeur de l'interface et leur ouverture augmente jusqu'à la rupture.

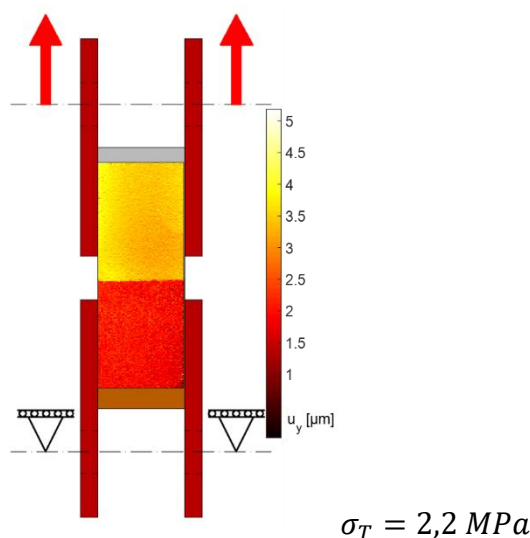


Figure 38 Champs de déplacements d'un échantillon composite fissuré

Pour les échantillons composites, seulement la fréquence d'apparition des fissures à l'interface a été comptabilisée. Pour un taux de dégradation donné, la fréquence d'apparition de la fissuration à l'interface des composites a été considérée égale au rapport entre le nombre d'échantillons sur

lesquels des fissures à l'interface ont été observées et le nombre total d'échantillons. Certains échantillons qui présentent des ruptures à l'interface ne présentent pas des fissures à l'interface visible sur les champs de déplacement avant la rupture. Dans le cas de ces échantillons, probablement la fissuration qui précède la rupture se produit sur la face opposée à celle filmée. En fait, il est possible que la fréquence d'apparition de la fissuration à l'interface mesurée ainsi soit inférieure à la proportion réelle des échantillons fissurés à l'interface, car les fissures qui apparaissent sur la face opposée à celle observée ne sont pas visibles. Pourtant, afin d'offrir un aperçu plutôt qualitatif de l'occurrence de la fissuration à l'interface, la Figure 39 présente l'évolution de la fréquence d'apparition des fissures à l'interface des échantillons composites en fonction du taux de dégradation chimique. Sur la même figure l'évolution de la fréquence d'apparition des ruptures à l'interface des composites en fonction du taux de dégradation chimique est aussi présentée.

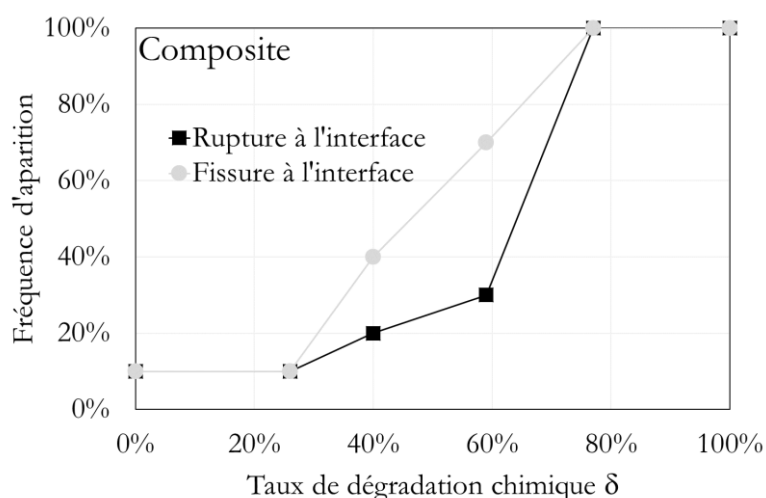


Figure 39 Évolution du pourcentage des échantillons composites fissurés et rompus à l'interface

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

Afin de réaliser un bilan du comportement de la liaison pâte de ciment/granulat soumise à la lixiviation, la Figure 40 se propose d'offrir une image globale de la perte d'adhésion en fonction du taux de dégradation chimique. Par conséquent, dans cette figure, plusieurs grandeurs caractéristiques pour le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat sont représentées, mais qui sont liées aussi à celui de la pâte. Il s'agit du rapport entre le module d'Young du composite réel et celui du composite idéal, le rapport entre la contrainte à la rupture du composite et celle de la pâte, ainsi que de la fréquence d'apparition de la rupture à l'interface des composites.

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

Au début, pour des taux de dégradation chimique inférieurs à 24%, la qualité de l'adhésion pâte de ciment/granulat a été qualifiée comme « bonne ». Dans cette étape, la perte de module d'Young

est limitée et la rupture des composites se produit dans la pâte dans 90% des cas pour des contraintes similaires à celles rencontrées pour les échantillons en pâte.

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

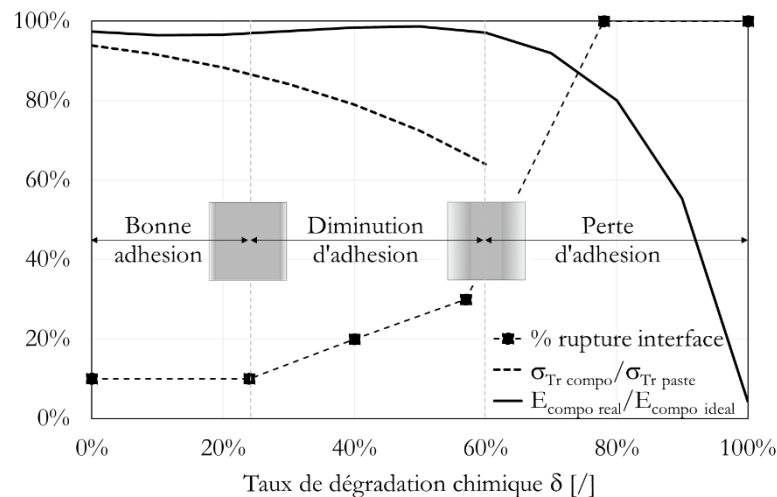


Figure 40 Perte d'adhésion entre la pâte de ciment et le granulat en fonction du taux de dégradation chimique

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

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

3.2.3. Conclusion

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

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

En ce qui concerne le comportement mécanique, la lixiviation a généré une décroissance importante du module d'Young et de la contrainte à la rupture des composites. Entre autres, cela est surtout une conséquence de la dissolution chimique importante qui se produit dans l'ITZ. La décroissance des propriétés mécaniques du composite est plus importante que celle de la pâte et culmine avec une perte d'adhésion complète de l'interface dans la zone dégradée.

De manière supplémentaire, l'effet bénéfique de l'utilisation d'un ciment avec une classe de résistance supérieure et de la baisse du rapport e/c a été montré. Une différence importante a été remarquée entre le comportement mécanique des échantillons (en pâte et composites) réalisés avec une formulation typique de béton de haut performance et une autre de béton ordinaire.

4. Conclusion générale

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

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

En ce qui concerne les essais de traction, à travers eux, l'évolution du comportement mécanique des échantillons a été analysée en fonction du taux de dégradation chimique. Ce taux de dégradation chimique est le rapport entre l'aire de la zone dégradée et l'aire totale de la section transversale. En termes de rigidité, l'influence de l'ITZ s'est matérialisée par l'assouplissement de la liaison pâte/granulat qui s'accroît suite à la dégradation chimique. Cet aspect est révélé par l'évolution du module d'Young du composite en fonction du taux de dégradation chimique, qui subit une décroissance supérieure à celui de la pâte à cause de la dissolution importante dans l'ITZ. En ce qui concerne les contraintes à la rupture, on a observé que celles des composites décroissent plus rapidement en fonction de taux de dégradation chimique que celles de la pâte. Pour les échantillons en pâte, l'évolution de la contrainte à la rupture présente une dépendance quasi linéaire en fonction de taux de dégradation chimique, qui est favorisée probablement par une fissuration peu profonde. En revanche, pour les échantillons composites, la contrainte à la rupture moyenne est rapprochée de celle de la pâte jusqu'à un certain taux de dégradation critique. Ce taux de dégradation chimique critique correspond à l'apparition de la pré fissuration et à la localisation des ruptures à l'interface pâte/granulat. Après ce taux de dégradation critique, la perte de contrainte à la rupture des composites s'accroît plus que celle de la pâte, probablement due à une profondeur supérieure de la fissuration. Finalement, la perte d'adhésion pâte/granulat est complète au moment où l'ITZ est dégradée en intégralité.

Donc, la principale conclusion porte sur le mécanisme par lequel la zone de transition ITZ influence le comportement de l'interface pâte/granulat dégradée après lixiviation. Premièrement, une accélération de la cinétique de dégradation de l'ITZ par rapport à la pâte se produit à cause de l'augmentation importante de la porosité générée par la dissolution de la portlandite. Cependant, la différence relative reste réduite. En revanche, la dégradation chimique plus prononcée de l'ITZ entraîne une diminution bien plus importante des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat par rapport à la pâte.

5. Bibliographie

- Adenot, F., 1992. Durabilité du béton : Caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du béton. Université d'Orléans.
- Adenot, F., Buil, M., 1992. Modelling of the corrosion of the cement paste by deionized water. *Bull. Seismol. Soc. Am.* 83, 5–6.
- Adenot, F., Faucon, P., 1996. Modélisation du comportement à long terme des bétons utilisés dans le stockage des déchets radioactifs, in: *International RILEM Conference on Concrete: From Material to Structure*. pp. 277–288.
- Alhussainy, F., Hasan, H.A., Rogic, S., Neaz Sheikh, M., Hadi, M.N.S., 2016. Direct tensile testing of Self-Compacting Concrete. *Constr. Build. Mater.* 112, 903–906. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.215>
- Bažant, Z.P., Cedolin, L., 1993. Why direct tension test specimens break flexing to the side. *J. Struct. Eng.* 119, 1101–1113.
- Burlion, N., Rougelot, T., Bernard, D., Skoczylas, F., 2007. Apport de la microtomographie pour l'étude de la fissuration des matériaux cimentaires sous lixiviation 23–25.
- Camps, G., 2008. Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d'un élément de stockage en béton. Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- Carde, C., 1996. Caractérisation et modélisation de l'altération des propriétés mécaniques due à la lixiviation des matériaux cimentaires. Toulouse, INSA.
- Carde, C., François, R., 1997a. Effect of the leaching of calcium hydroxide from cement paste on mechanical and physical properties. *Cem. Concr. Res.* 27, 539–550. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(97\)00042-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(97)00042-2)
- Carde, C., François, R., 1997b. Effect of ITZ leaching on durability of cement-based materials. *Cem. Concr. Res.* 27, 971–978.
- Carde, C., François, R., Torrenti, J.M., 1996. Leaching of both calcium hydroxide and C-S-H from cement paste: Modeling the mechanical behavior. *Cem. Concr. Res.* 26, 1257–1268. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(96\)00095-6](https://doi.org/10.1016/0008-8846(96)00095-6)
- Dong, W., Wu, Z., Zhou, X., 2016. Fracture Mechanisms of Rock-Concrete Interface: Experimental and Numerical. *J. Eng. Mech.* 142, 04016040. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)em.1943-7889.0001099](https://doi.org/10.1061/(asce)em.1943-7889.0001099)
- Ferro, G., 1994. Effetti di scala sulla resistenza a trazione dei materiali. Politecnico di Torino.
- Gerard, B., Pijaudier-Cabot, G., Laborderie, C., 1998. Coupled diffusion-damage modelling and the implications on failure due to strain localisation. *Int. J. Solids Struct.* 35, 4107–4120. [https://doi.org/10.1016/S0020-7683\(97\)00304-1](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(97)00304-1)
- Heukamp, F., Ulm, F.-J., Germaine, J., 2002. Mechanical properties of calcium-leached cement pastes. *Cem. Concr. Res.* 31, 767–774. [https://doi.org/10.1016/s0008-8846\(01\)00472-0](https://doi.org/10.1016/s0008-8846(01)00472-0)
- Heukamp, F.H., 2003. Chemomechanics of calcium leaching of cement-based materials at different scales: The role of CH-dissolution and CSH degradation on strength and durability performance of materials and structures. Massachusetts Institute of Technology.
- Heukamp, F.H., Ulm, F.J., Germaine, J.T., 2003. Poroplastic properties of calcium-leached cement-based materials. *Cem. Concr. Res.* 33, 1155–1173. <https://doi.org/10.1016/S0008->

- Hild, F., 2004. Mesure de champs de déplacement par corrélation d'images et applications en mécanique des solides.
- Jebli, M., 2016. Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granat et application à la lixiviation. Université de Montpellier.
- Jebli, M., Jamin, F., Pelissou, C., Malachanne, E., Garcia-Diaz, E., El Youssoufi, M.S., 2018. Leaching effect on mechanical properties of cement-aggregate interface. *Cem. Concr. Compos.* 87, 10–19. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.11.018>
- Kamali, S., Gérard, B., Moranville, M., 2003. Modelling the leaching kinetics of cement-based materials - Influence of materials and environment. *Cem. Concr. Compos.* 25, 451–458. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(02\)00085-9](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(02)00085-9)
- Le Bellégo, C., 2001. Couplage chimie mécanique dans les structures en béton armé attaquées par l'eau--Etude expérimentale et analyse numérique. Ec. Norm. Supérieure Cachan.
- Le Bellégo, C., Gérard, B., Pijaudier-Cabot, G., 2000. Chemo-mechanical effects in mortar beams subjected to water hydrolysis. *J. Eng. Mech.* 126, 266–272.
- Lea, F.M., 2012. The action of ammonium salts on concrete. *Mag. Concr. Res.* 17, 115–116. <https://doi.org/10.1680/macr.1965.17.52.115>
- Lhonneur, J., Girboveanu, A., Jamin, F., Péliissou, C., Monerie, Y., El Youssoufi, M.S., 2019. Étude statistique de la réponse mécanique lors d'essais de traction directe à l'échelle locale, in: 14e Colloque National En Calcul de Structures-CSMA 2019.
- Mainguy, M., Tognazzi, C., Torrenti, J.M., Adenot, F., 2000. Modelling of leaching in pure cement paste and mortar. *Cem. Concr. Res.* 30, 83–90. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00208-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00208-2)
- Mier, J.G.M. Van, Vliet, M.R.A. Van, 2002. Uniaxial tension test for the determination of fracture parameters of concrete : state of the art. *Eng. Fract. Mech.* 69, 235–247.
- Monteiro, J.J.M., Mehta, P.K., 1985. Ettringite formation on the aggregate—cement paste interface. *Cem. Concr. Res.* 15, 378–380.
- Nguyen, V., 2005. Couplage dégradation chimique - comportement en compression du béton. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Öztek, E., Pul, S., Hüsem, M., 2016. Experimental determination of Drucker-Prager yield criterion parameters for normal and high strength concretes under triaxial compression. *Constr. Build. Mater.* 112, 725–732. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.127>
- Petersson, P.-E., 1981. Crack growth and development of fracture zones in plain concrete and similar materials.
- Revertegat, E., Richet, C., Gégout, P., 1992. Effect of pH on the durability of cement pastes. *Cem. Concr. Res.* 22, 259–272. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(92\)90064-3](https://doi.org/10.1016/0008-8846(92)90064-3)
- Rougelot, T., Burlion, N., Bernard, D., Skoczylas, F., 2010. About microcracking due to leaching in cementitious composites: X-ray microtomography description and numerical approach. *Cem. Concr. Res.* 40, 271–283. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.09.021>
- Saito, H., Nakane, S., Ikari, S., Fujiwara, A., 1992. Preliminary experimental study on the deterioration of cementitious materials by an acceleration method. *Nucl. Eng. Des.* 138, 151–

155. [https://doi.org/10.1016/0029-5493\(92\)90290-C](https://doi.org/10.1016/0029-5493(92)90290-C)

Swaddiwudhipong, S., Lu, H.R., Wee, T.H., 2003. Direct tension test and tensile strain capacity of concrete at early age. *Cem. Concr. Res.* 33, 2077–2084. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00231-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00231-X)

Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J.-M., Némot-Gaillard, M., 2001. Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Exp. Mech.* 41, 29–39.

Zhou, F.P., 1988. Some aspects of tensile fracture behaviour and structural response of cementitious materials.

