

UTCB

Efectul degradării chimice asupra proprietăților mecanice a pastei de ciment și a compozitelor pastă de ciment/agregat

Raport de cercetare

Îndrumători

Prof. Dan Paul Georgescu (UTCB)

Prof. Moulay Saïd El Youssoufi (UM)

Student

Andrei-Sorin Gîrboveanu

Cuprins

1. Introducere	2
2. Materiale și metode	3
2.1. Ciment și agregate	3
2.2. Fabricarea eșantioanelor la scara locală a interfeței pastă de ciment/agregat	5
2.3. Metode de levigare accelerată	7
2.4. Cinetica degradării	10
2.5. Încercări (teste) mecanice la scara locală	13
2.5.1. Prezentare generală a dispozitivului de încercare	13
2.5.2. Dispozitiv de încercare pentru întindere	17
2.6. Concluzie	23
3. Rezultate și discuție	25
3.1. Cinetica degradării	25
3.2. Influența levigării asupra comportării mecanice a betonului la scara macroscopică locală a interfeței	30
3.2.1. Evoluția proprietăților mecanice	31
3.2.2. Observarea fisurării	35
3.2.3. Concluzie	41
4. Concluzie generală	42
5. Bibliografie	43

1. Introducere

Levigarea este un fenomen care apare în urma contactului betonului cu o soluție mai acidă decât soluția bazică interstițială care ocupă porozitatea și care este în echilibru cu pasta de ciment. Astfel, asistăm la o decalcifiere care progresează treptat în timp și generează degradarea proprietăților mecanice ale materialului ca urmare a creșterii porozității.

Mecanismul de degradare are loc prin două fenomene principale: difuzie și dizolvare. Propagarea frontului de levigare și cinetica acestuia sunt guvernate de difuzia soluției agresive în soluția porilor. Dizolvarea, în special a calciului, are loc în pastă pentru a asigura echilibrul cu soluția interstițială acidifiată.

ITZ (de la Internal Transition Zone în engleză) este o zonă a pastei de ciment care se formează în jurul agregatelor la grosimi de ordinul a câteva zeci de micrometri, având proprietăți fizice diferite în comparație cu miezul pastei. De obicei, aceasta este o porozitate mai mare și un conținut diferit de compuși chimici. Aceste caracteristici sunt de o importanță majoră în contextul levigării, deoarece fac din ITZ un mediu mai difuziv și mai propice dizolvării chimice. Prin urmare, există un risc obiectiv de accelerare locală a cineticii degradării, dar și de o creștere puternică a porozității, cu un efect semnificativ asupra adeziunii pastei la agregat.

În contextul studierii comportamentului betonului la scară locală, în cadrul tezei lui Jebli a fost creat un protocol experimental (Jebli, 2016). Acest protocol a constatat în crearea unei legături pastă/agregat și determinarea proprietăților mecanice. Teza lui Jebli a arătat, în general, că efectul levigării este mai vizibil asupra proprietăților mecanice ale legăturii pastă / agregat decât asupra celor ale pastei. De asemenea, a arătat necesitatea clarificării anumitor aspecte legate de ITZ. Obiectivul principal a fost efectuarea de măsurători mai localizate ale cineticii degradării și comportamentului său mecanic în zona interfacială, pentru a defini mai bine rolul ITZ în mecanismul de degradare.

Prin urmare, în prezentul studiu, cele două căi de studiu alese se referă la cinetica degradării și proprietățile mecanice ale betonului la scară locală. Pentru a putea studia aceste aspecte, a fost favorizată o geometrie simplă, dar compatibilă. Aceasta implică utilizarea de pastă de ciment și probe compozite pastă de ciment/agregate cu secțiune transversală pătrată. Aceste probe sunt utilizate pentru a evalua progresul degradării chimice și stresul general sub încărcare mecanică. Progresul degradării chimice va fi măsurat la nivel de pastă și ITZ pentru a determina cinetica degradării acestora. În ceea ce privește comportamentul mecanic al probelor la scară locală, acesta va fi studiat prin teste mecanice de întindere. Evoluția proprietăților mecanice ale probelor degradate la scară locală va fi analizată în funcție de progresul degradării.

2. Materiale și metode

Necesitatea unui studiu la scara legăturii pastă/agregat este dictată de necesitatea de a analiza fenomenologia complexă care se dezvoltă la nivelul ITZ și influențează comportamentul mecanic al betonului. Astfel, pentru a face posibil un astfel de studiu, a fost dezvoltat un protocol experimental pentru a evalua efectul levigării asupra proprietăților mecanice ale legăturii pastă/agregat și asupra celor ale pastei.

Pentru a putea evalua efectul levigării asupra comportamentului mecanic al betonului la scară locală, este necesar să se evalueze cinetica degradării și efectul degradării chimice asupra proprietăților mecanice ale legăturii pastă/agregat și ale pastei. În acest sens, se utilizează probe cu geometrii specifice.

Pe aceste probe, inițial, se va face analiza cineticii degradării pentru a face posibilă analiza efectului degradării asupra proprietăților mecanice ale pastei de ciment și ale compozitelor pastă/agregat.

Încercările mecanice la scara locală sunt destinate să determine proprietățile mecanice ale legăturii pastă/agregat și ale pastei într-o stare nedegradată și degradată

2.1. Ciment și agregate

În industrie, alegerea formulării de beton include dozarea componentelor pentru a îndeplini mai întâi cerințele de rezistență mecanică și durabilitate. Formularea influențează în mod direct calitatea legăturii dintre pasta de ciment și agregat. Parametrii precum tipul de ciment, amestecurile, raportul apă / ciment și tipul de agregat influențează compoziția ITZ, care la rândul său influențează proprietățile fizico-chimice ale legăturii pastă/agregat.

În ceea ce privește cazul specific al betoanelor supuse levigării, acestea trebuie să garanteze o rezistență mecanică suficientă în condiții de mediu agresive datorită formulărilor adecvate. Raportul a / c influențează direct porozitatea betonului în stare hidratată. Scăderea raportului a / c are ca rezultat o scădere a porozității, ceea ce generează o creștere a rezistenței și rigidității betonului, dar influențează și cinetica degradării. Într-un mediu mai puțin poros, coeficientul de difuzie este mai mic și, în consecință, cinetica degradării este încetinită. În plus, adăugarea de pozzolani permite consumul de portlanditei pentru a produce C-S-H. Astfel, această adăugare contribuie la îmbunătățirea proprietăților mecanice prin creșterea cantității de specii chimice coezive (C-S-H) și scade vulnerabilitatea la atacul chimic în urma dizolvării portlanditei. Adăugările pozzolanilor sunt compatibile cu scăderea raportului a / c pentru a da naștere la betoane de înaltă performanță care au rezistențe la compresiune mult mai mari de 100 MPa. În afară de raportul a / c și adăugarea de pozzolani, un alt parametru important în alegerea formulării unui astfel de beton este tipul de agregat. Alegerea agregatelor de calcar este preferabilă agregatelor silicioase deoarece reacțiile chimice care apar între calcar și pasta de ciment în timpul hidratării îmbunătățesc aderența lor și, prin urmare, la o scară mai mare, rezistența betonului.

În cazul studiului de față, alegerea materialelor vizează aproximarea formulărilor de betoane reale supuse levigării și oferirea unei perspective pentru studiile următoare. Prin urmare, este vorba de alegerea unui material cu proprietăți mecanice destul de ridicate, dar cu o compoziție simplă. O astfel de compoziție are avantajul de a facilita referințele la literatură și poate servi drept referință pentru studii viitoare. Acesta este motivul pentru care, pe de o parte, am ales să

evităm o supradoză de apă pentru a dobândi proprietăți mecanice importante și, pe de altă parte, am evitat utilizarea de aditivi sau componente secundare precum pozzolanii. Prin urmare, alegerea materialelor utilizate a căzut pe o pastă de ciment CEM I preparată cu un raport a / c de 0,4 și agregate de calcar.

2.2. Fabricarea eșantioanelor la scara locală a interfeței pastă de ciment/agregat

În acest paragraf, prezentăm metodologia experimentală utilizată pentru fabricarea, condiționarea și depozitarea probelor la scară locală. Probele fabricate pentru analizele microstructurii, precum și pentru testele mecanice de întindere și forfecare sunt paralelipipede de pastă de ciment și compozite de pastă de ciment / agregate (Figura 1). Dimensiunile probelor sunt de 10x10x30 mm³. Eșantionul compozit este compus dintr-o jumătate agregat (10x10x15 mm³) și o jumătate din pastă de ciment (10x10x15 mm³) (Figura 1b).

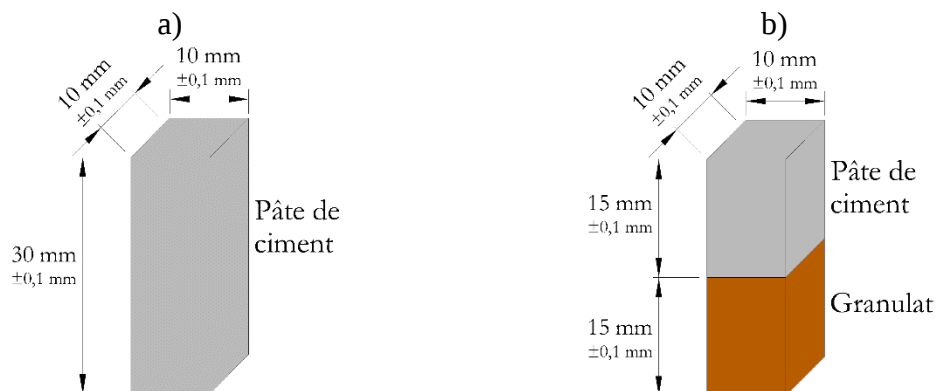


Figura 1 Eșantioane din pastă de ciment a) și compozite pastă de ciment/agregat b)

Pentru a asigura o bună reprezentativitate a probelor, o cerință este de a minimiza influența condițiilor de fabricare asupra măsurării proprietăților materialului. În acest sens, una dintre provocări este de a asigura o bună repetabilitate dimensională și de a minimiza impactul procedurii de fabricație asupra proprietăților materialului.

• Pregătirea agregatelor

Pentru a putea fabrica probele compozite, s-au obținut agregate cu forma dorită din roci reale. Agregatele de calcar au fost obținute din roci masive dintr-o carieră din Villeneuve les Maguelone (Hérault, Franța), înainte de a fi supuse diferitelor tăieturi pentru a obține o formă paralelipipedică de 10x10x15mm³. Pasul preliminar este de a tăia din interiorul bolovanilor plăci cu fețe paralele cu grosimea de 17 ± 2 mm și bare cu lățimea de 12 ± 2 mm. Apoi, agregatele au fost tăiate la dimensiunile dorite folosind un ferăstrău cu precizie de tip Struers Secotom-15®. Acest ferăstrău cu lanț are o roată de rectificat fixă și o masă glisantă care avansează spre ea cu o viteză de 0,5 mm / s.

Pentru a atinge dimensiunile dorite pentru agregate, a fost proiectat un suport de probă specific. Acesta din urmă are funcția de a permite tăieturi la unghi drept și de a regla dimensiunile probelor. Primul pas este prelucrarea a trei fețe ale agregatului astfel încât să se obțină un unghi triedric drept între cele trei fețe ale eșantionului. Al doilea pas constă în ajustarea dimensiunilor agregatului în raport cu cele trei fețe de referință. Agregatele au fost apoi măsurate și calibrate înainte de prepararea probei. Agregatele care prezintă defecte majore sau deformări au fost respinse. Rezultatul final este un agregat paralelepipedic cu fețe perpendiculare și o toleranță geometrică de $\pm 0,1$ mm (Figura 2).



Figura 2 Dimensiunile unui agregat a) și lot de 20 de agregate după decupare b)

Pentru fabricarea probelor au fost realizate matrițe flexibile din silicon. Acest tip de matriță are avantajul de a fi rapid și în cantități mari.

Acest material a fost folosit de alți experimenatori (Öztekin și colab., 2016) pentru a realiza matrițe pentru probe de beton. Aceste matrițe din silicon au avantajul de a permite o fabricație simplă, care poate fi adaptată geometriilor care nu sunt standardizate.

În ceea ce privește fabricarea matrițelor flexibile din silicon utilizate în prezentul studiu, acestea au fost realizate prin turnarea și polimerizarea siliconului lichid în jurul contra-matrițelor cu dimensiunile dorite (Figura 3). Astfel a fost posibil să se producă matrițe care să permită producerea mai multor probe într-o singură turnare și fără a necesita o pregătire laborioasă.

În plus față de repetabilitatea dimensională, aceste matrițe sunt etanșe la aer, asigură fețe cu o bună planeitate și au pereți neaderenți, care facilitează și demolare. Prin urmare, acest tip de matriță din silicon a fost ales pentru fabricarea probelor.

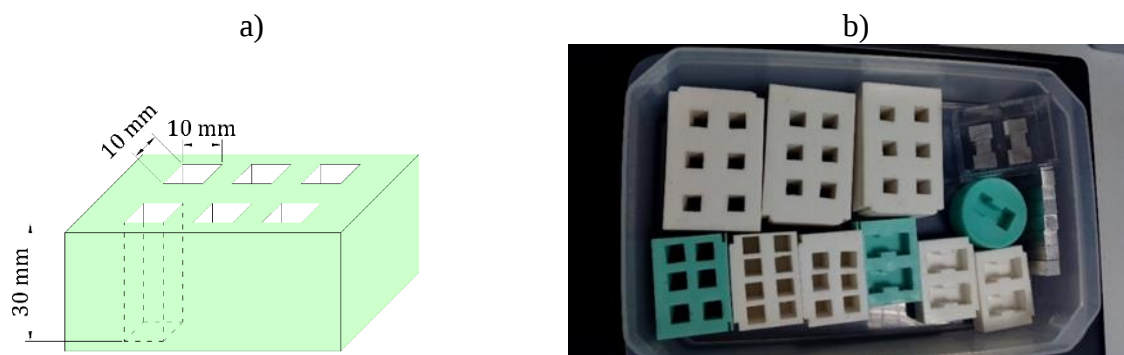


Figura 3 Matrițe din silicon. Dimensiuni (a) Exemple (b)

După fabricare, piesele de testat au fost păstrate în matriță timp de 24 de ore într-un mediu la HR = 100%. Apoi, după demolare, au fost ținute într-un rezervor cu apă saturată cu var (Figura 4) timp de 40 de zile. Această metodă de conservare permite hidratarea optimă a materialului, astfel încât acesta să atingă proprietățile cerute și să prevină orice crăpătură din cauza desecării.

După perioada de 40 de zile de hidratare, o parte din probe au fost prelevate pentru a testa proprietățile materialului nedegradat. Cealaltă parte a fost levigată pentru a studia proprietățile materialului degradat.



Figura 4 Eșantioane conservate în soluție de apă cu var

2.3. Metode de levigare accelerată

Levigarea betonului este un proces foarte lung comparativ cu timpul studiilor de laborator. De exemplu, s-a demonstrat că pentru un anumit tip de probă macroscopică levigată în apă, se atinge o grosime degradată de 4 cm după 300 de ani (Adenot, 1992). Prin urmare, este necesar, pentru experimentele efectuate în laborator, să se utilizeze tehnici pentru a accelera rata de degradare. În acest sens, în literatura de specialitate au fost utilizate mai multe metode, dintre care cităm:

- aplicarea unui câmp electric;
- utilizarea soluțiilor cu pH acid în raport cu pH-ul betonului;
- creșterea temperaturii;
- utilizarea unei soluții de azotat de amoniu;

Principiul aplicării unui câmp electric peste eprubetă implică direcționarea ionilor de calciu de la anod la catod prin aplicarea unei diferențe de potențial electric pe o eprubetă. Astfel, concentrații foarte mari de calciu se obțin în apropierea catodului, în timp ce la anod, calciul este epuizat. Această metodă face posibilă accelerarea ratei de degradare de 50 până la 500 de ori comparativ cu scenariul de bază în apă pură (Gerard și colab., 1998; Le Bellégo și colab., 2000; Saito și colab., 1992). Pe de altă parte, în acest scenariu de degradare accelerată, mai multe aspecte diferă de scenariul de bază. Într-adevăr, profilul concentrației de calciu din zona degradată nu este similar cu cazul degradării în apă, iar rata de degradare este proporțională cu timpul, ceea ce nu ține cont de fenomenul difuziv al degradării.

O altă soluție pentru accelerarea vitezei de degradare este reprezentată de utilizarea soluțiilor cu pH relativ acid comparativ cu cea a betonului (Revertegat și colab., 1992) sau prin încălzirea soluției de degradare (Kamali și colab., 2003). Avantajul acestor două tipuri de metode este de a obține cinetica degradării proporțională cu rădăcina pătrată a timpului, similar scenariului de bază (Revertegat și colab., 1992). Cu toate acestea, aceste metode permit accelerarea vitezei de degradare de până la 10 ori în comparație cu scenariul inițial de apă pură, care rămâne relativ lung pentru a ajunge la procesul complet de degradare în laborator într-un timp rezonabil.

O metodă finală de degradare găsită în literatură constă în utilizarea unei soluții de azotat de amoniu ca agent chimic agresiv, în locul apei. Această metodă accelerează rata de degradare datorită solubilității ridicate a hidraților în soluție (Lea, 2012). Mai întâi, după difuzie, azotatul de amoniu într-un mediu bazic se disociază dizolvând portlandita prin această reacție. Diferența față de scenariul natural este că dizolvarea portlanditei începe la concentrații mai mari de calciu în soluția de pori, deci mai rapid. Astfel, dizolvarea portlanditei este facilitată și schimbul de materie cu mediul este accelerat datorită gradientului puternic de concentrație de calciu dintre soluția de pori și mediul extern (Nguyen, 2005). Degradarea într-o soluție de azotat de amoniu prezintă o cinetică proporțională cu rădăcina pătrată a timpului, specifică fenomenelor difuzive și, prin urmare, similară scenariului de bază. Această metodă realizează rate de degradare a levigării de 100 până la 300 de ori mai mari decât în apa pură, deci o rată ridicată. Un alt avantaj al acestei metode este forma similară a profilului de concentrație de calciu în zona degradată cu degradare naturală (Figura 5) (Carde, 1996).

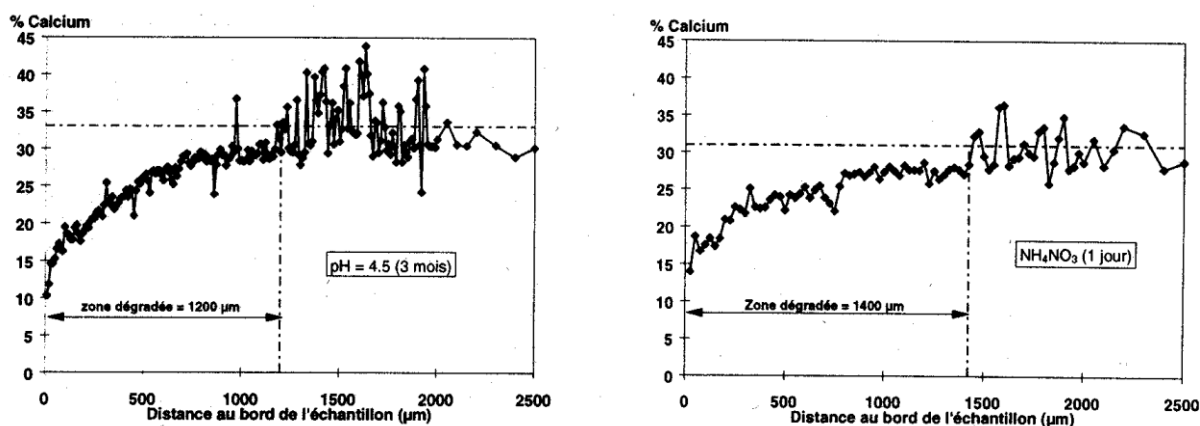


Figura 5 Profiluri de concentrație în calciu în zona degradată prin apă demineralizată a) și azotat de amoniu b) (Carde, 1996)

Printre metodele menționate pentru accelerarea degradării, cea aleasă pentru prezentul studiu este utilizarea soluției de azotat de amoniu ca agent agresiv. Această metodă a fost aleasă datorită ratei sale ridicate de degradare chimică și a similitudinii dintre natura procesului de degradare astfel dezvoltat și scenariul de degradare de referință real. Chiar dacă timpii de degradare sunt mai scurți la nivel local, o accelerație semnificativă ar fi potrivită grație limitării timpilor de analiză și posibilității de a efectua mai multe serii de teste.

În ceea ce privește concentrația soluției de azotat de amoniu utilizată pentru degradarea probelor, aceasta este similară cu cea utilizată de alți autori (Carde și colab., 1996; Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005): 6 moli / litru. Aceasta corespunde 480 grame de azotat de amoniu la 1 litru de apă.

Pe lângă concentrație, cantitatea de soluție dedicată fiecărei probe influențează procesul de degradare. S-a demonstrat că atâta timp cât pH-ul soluției agresive rămâne sub 9,25, puterea sa de degradare rămâne intactă (Heukamp și colab., 2002). Volumul soluției de azotat de amoniu dedicat fiecărei probe a fost stabilit pentru a îndeplini această condiție și pentru a evita reînnoirea. Acest volum, notat V_s , a fost calculat în funcție de o relație care există în literatura de specialitate (Le Bellégo, 2001):

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

unde, C (gram / litru) este conținutul de ciment al materialului supus degradării, γ (%) este procentul de oxid de calciu din cimentul anhidru și V_d (litru) este volumul materialului supus degradării.

În urma alegerii caracteristicilor soluției agresive, scenariul degradării a fost completat prin alegerea configurației sale geometrice și prin modul de distribuire a probelor.

În ceea ce privește configurația geometrică a degradării, aceasta a fost realizată prin aducerea a două fețe longitudinale opuse în contact cu soluția agresivă. Celelalte părți au fost protejate prin aplicarea unor benzi impermeabile, înainte scufundarea probelor în soluția de azotat de amoniu (Figura 6). Probele au fost astfel supuse unei degradări unidirecționale care se propagă perpendicular pe fețele atacate de soluția agresivă.

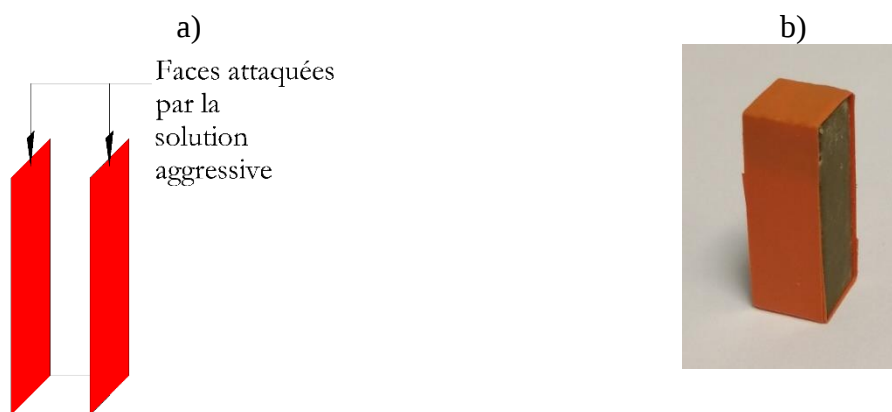


Figura 6 Configurația degradării chimice. Schemă (a) Exemplu (b)

Acest lucru dă naștere, în secțiune transversală, la apariția a două zone degradate pe ambele părți ale zonei sănătoase din mijloc (Figura 7). Alegerea acestei configurații de degradare unidirecțională este dictată de necesitatea de a asigura uniformitatea fronturilor de degradare pe grosime. Acest lucru este de preferat pentru a facilita interpretarea efectului degradării chimice asupra proprietăților mecanice ale probelor.

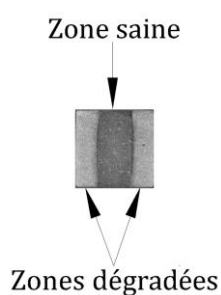


Figura 7 Secțiune transversală a unui eșantion degradat

Apoi, pentru a finaliza stabilirea degradării chimice, probele au fost degradate individual la temperatura ambiantă constantă. Într-adevăr, fiecare probă este degradată în recipientul său, cu același volum de soluție agresivă, suficient pentru a evita reînnoirea (Figura 8). Această metodă de degradare individuală asigură condiționarea uniformă a tuturor probelor, în absența unei agitații mecanice. Această agitație mecanică este o metodă care servește la omogenizarea unei soluții în care toate probele sunt păstrate împreună. (Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005).



Figura 8 Metodă de degradare individuală

Probele astfel degradate au fost supuse levigării pentru mai mulți timpi de degradare: 0,75; 2; 4; 8; și 12 zile. La fiecare pas, probele destinate testelor mecanice au fost prelevate și depozitate în apă până la test, cel puțin o zi.

2.4. Cinetica degradării

Cunoașterea cineticii degradării este necesară pentru a determina starea de degradare, dar și pentru a interpreta ulterior efectul levigării asupra proprietăților mecanice ale pastei și ale legăturii pastă / agregat.

Pentru a determina cinetica degradării, în literatura de specialitate au fost utilizate mai multe metode. Aceste metode sunt destinate în principal localizării poziției frontului de degradare de la care se determină grosimea degradată pentru diferiți timpi de degradare. În unele cazuri, ele pot furniza informații suplimentare cu privire la natura degradării. Cele mai utilizate metode în literatura de specialitate pentru măsurarea grosimii degradate sunt indicatorii de culoare, măsurătorile EDS și observațiile microscopului optic (Figura 9).

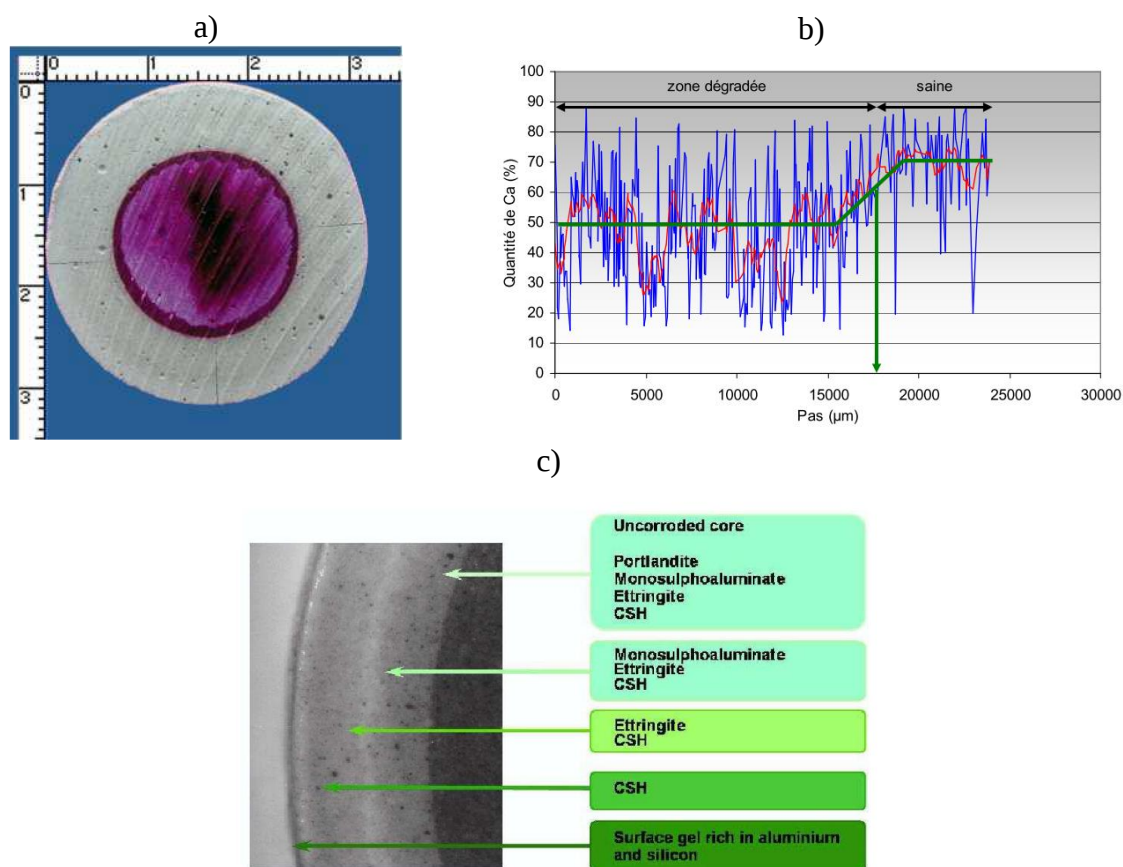


Figura 9 Diferite metode de măsurare a grosimii degradate. Cu ajutorul fenolftaleinei (a) (Nguyen, 2005) ; prin profiluri de concentrație liniare obținute prin MEB EDS (b) (Camps, 2008) ; Prin microscopie optică (c) (Adenot and Faucon, 1996)

Indicatorul de culoare cel mai utilizat este fenolftaleina, care se aplică pe o secțiune transversală, generând o schimbare de culoare care permite delimitarea zonei sănătoase și a zonei degradate. În starea inițială este incolor, dar devine roz atunci când intră în contact cu soluții cu un pH peste 11. Prin urmare, prin aplicarea fenolftaleinei pe o secțiune transversală a unei probe de beton, zona nedegradată devine roz, iar zona degradată își păstrează culoarea naturală (Figura 9a).

Cu toate acestea, având în vedere că pH-ul soluției interstițiale din zona nedegradată este aproape de 13, deci mai mare de 11 (valoare asociată cu schimbarea culorii), grosimea zonei incolore nu este egală cu grosimea zona degradată. Este încă posibil ca betoanele pe bază de

CEM I (ciment portland pur) să calculeze valoarea exactă a grosimii degradate folosind formula (Le Bellégo, 2001):

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

unde e_d grosimea degradată efectivă și e_{ph} reprezintă grosimea degradată măsurată cu fenolftaleină

Avantajul acestei metode de măsurare a grosimii degradate de fenolftaleină este simplitatea și viteza care fac posibilă analiza unui număr mare de probe în același timp. Dezavantajele sunt legate de limitările sale: nu oferă informații despre starea locală de degradare și nu oferă acces direct la grosimea degradată.

O altă metodă de măsurare a grosimii degradate este reprezentată de analiza chimică EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) care face posibilă localizarea frontului de degradare pe profilurile de concentrație chimică. Pe un profil de concentrație liniar produs în direcția degradării, poziția frontului de degradare corespunde punctului în care concentrația de calciu atinge valoarea medie a zonei nedegradate (Camps, 2008; Carde și colab., 1996; Le Bellégo, 2001). Dincolo de locația frontului de degradare, această metodă oferă, de asemenea, acces la profilul concentrațiilor elementare din zona degradată. Astfel, conform profilului concentrației de calciu, se pot distinge două subzone de degradare (Figura 9 b).

Avantajele acestei metode constau în posibilitatea analizei chimice directe, care permite localizarea celor două fronturi de degradare și oferă informații despre natura degradării chimice. De fapt, frontul principal de degradare este frontul de dizolvare al portlanditei, în timp ce frontul intermediar este cel al decalcificării C-S-H. Dezavantajele metodei constau în dificultatea pregătirii probei. Lustruirea specifică necesită o manipulare lungă și laborioasă.

O metodă finală de determinare a cineticii întâlnite în literatura de specialitate și considerată relevantă pentru prezentul studiu este reprezentată de observarea optică. Acest tip de observație permite localizarea fronturilor de degradare în funcție de poziția schimbării culorii în zona degradată. Mai mulți autori (Adenot și Buil, 1992; Kamali și colab., 2003) au folosit observații optice cuplate cu analize chimice pentru a localiza, în funcție de caz, frontul principal de degradare și / sau frontul intermediar (Figura 9).

Prin urmare, luând în considerare avantajele și dezavantajele fiecăreia dintre metodele prezentate, s-a decis recurgerea la observații optice pentru măsurarea grosimilor degradate. Instrumentul utilizat, un scaner optic, permite măsurarea nivelurilor de gri cu rezoluții de până la 2μm. Contrastul suficient între nivelul de gri al zonei sănătoase și cel al zonei degradate a făcut posibilă delimitarea acestora și, prin urmare, măsurarea grosimii degradate pentru mai multe durate de degradare.

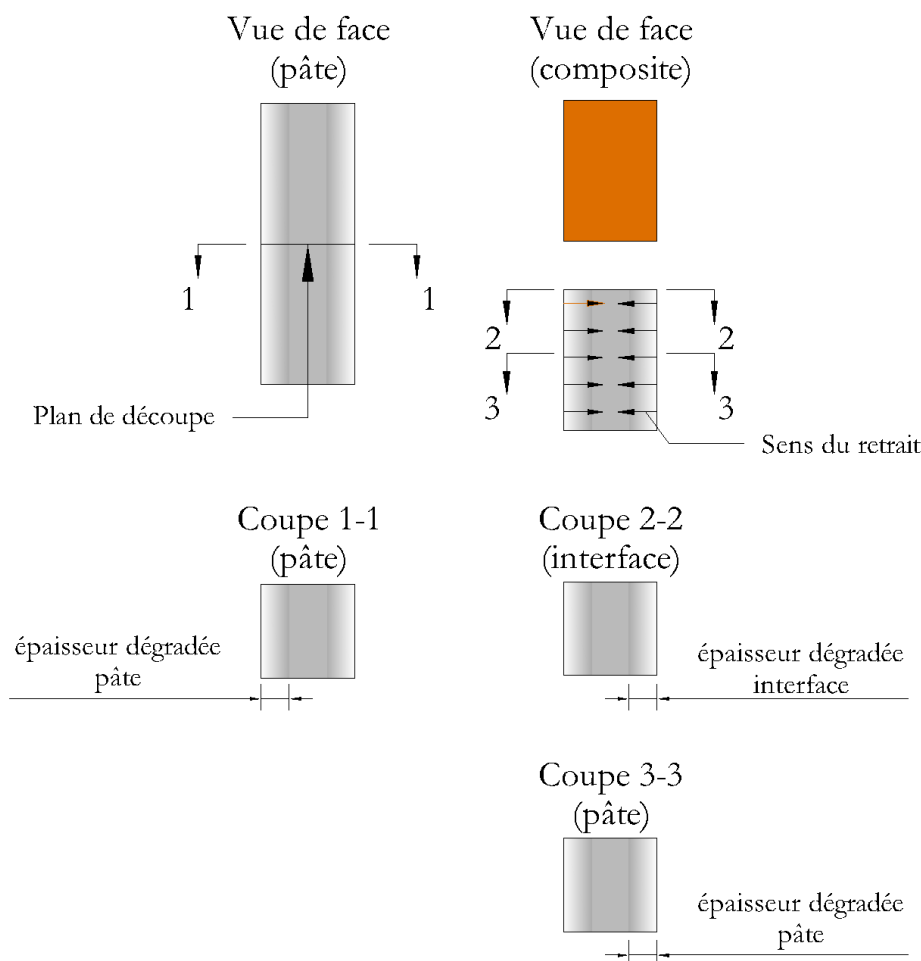


Figura 10 Secțiuni transversale ale eșantioanelor din pastă de ciment și composite unde au fost măsurate grosimile degradate

Măsurarea grosimii degradate a fost efectuată pe probe paralelipipedice de pastă de ciment și composite pastă/agregat, turnate vertical, pentru fiecare perioadă de degradare, pentru a determina cinetica degradării. Analiza cinetică a degradării a fost efectuată pe secțiuni transversale ale probelor degradate (pastă și composite) (Figura 10).

Măsurătorile grosimilor degradate ale compozitelor s-au făcut la miezul pastei de ciment și la interfață. Măsurătorile la interfață au fost posibile în urma decoeziunii compozitelor, favorizată de contracția de uscare. Qceqstq devine posibilă în urma depozitării probelor compozite într-o atmosferă cu RH cuprinsă între 60% și 70%, ce are drept consecință pierderea de aderență între pastă și agregat în urma deshidratării pastei (Monteiro și Mehta, 1985).

Măsurarea grosimii degradate a fost efectuată prin observarea nivelurilor de gri pe mediana secțiunilor transversale (Figura 11). Dinamica digitalizării imaginilor a generat o scară a nivelurilor de gri între 0 și 255. În consecință, evoluția nivelului de gri în zona analizată a permis localizarea frontului de degradare în urma diferențelor care există între valori. nivelurile de gri întâlnite în zona nedegradată și cele întâlnite în zona degradată. Din motive de zgomot de măsurare, nivelurile punctului de gri au fost obținute prin media valorilor pixelilor situați într-o zonă de 10 pixeli în jurul punctului luat în considerare.

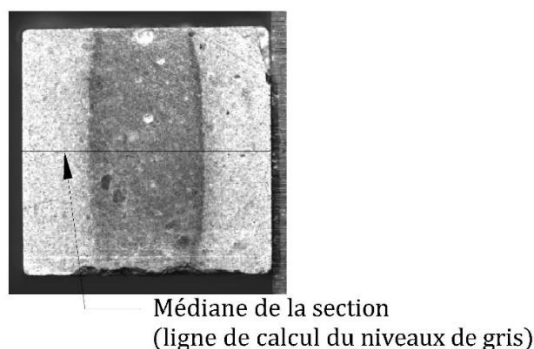


Figura 11 Zona de calcul a grosimii degradate

2.5. Încercări (teste) mecanice la scara locală

Proprietățile mecanice ale betonului nedegradat sau ale betonului degradat prin levigare sunt limitate de caracteristicile legăturilor care se formează între matrice (pastă) și schelet (agregate). Comportamentul specific al legăturii pastă/agregat este legat de particularitățile microstructurii ITZ care o diferențiază de miezul pastei de ciment.

În acest context, în studiul de față, comportamentul mecanic al betonului la scara locală a legăturii pastă/agregat este studiat pe probe de pastă/agregate compozite, luând probe de pastă ca referință. Pe aceste două tipuri de probe, proprietățile mecanice sunt observate folosind teste mecanice la întindere.

În procesarea rezultatelor acestor teste mecanice, o componentă fundamentală este reprezentată de măsurarea deplasărilor și a deformațiilor, efectuată prin corelația digitală a imaginii (CIN). Această tehnică este utilă în special pentru accesarea modulelor de rigiditate a materialului analizat. În afară de aceasta, cuplarea dintre măsurătorile de deformație CIN și observarea încărcării mecanice în timpul testului permite optimizarea dispozitivelor de testare.

2.5.1. Prezentare generală a dispozitivului de încercare

Configurarea generală a testului presupune aplicarea unei sarcini mecanice și detectarea răspunsului probelor din pastă și a compozitelor de pastă de ciment / agregat. Prin urmare, acest dispozitiv este compus dintr-o mașină de testat și o cameră video (Figura 12). Mașina de testat este utilizată pentru a aplica și măsura forța rezistată de proba pe care o aplică. Camera video, pe de altă parte, este însoțită de o sursă de lumină și este utilizată pentru a înregistra mișcarea probelor în timpul încărcării pentru a determina, în planul focal de observare al camerei, deplasările și deformările.

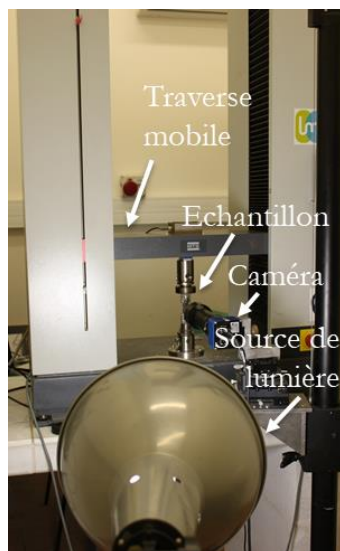


Figura 12 Dispozitiv general de încercare

În ceea ce privește mașina de testat, este o presă MTS de întindere / compresiune formată dintr-o masă fixă și un element transversal mobil cu un singur grad de libertate - translația verticală. Pentru a efectua testele planificate, cadrul de testare este conectat între masa fixă și traversa mobilă, în timp ce încărcarea dorită se efectuează în urma translației traversei mobile. În timpul testului, mașina permite măsurarea forței aplicate datorită unui senzor asociat, dar și măsurarea deplasării elementului transversal în mișcare. Pentru fiecare tip de test efectuat, încărcarea a fost controlată în timpul deplasării, cu o viteză constantă de $10 \mu\text{m} / \text{secundă}$ impusă traversei.

La procesarea rezultatelor testului, valoarea forței aplicate măsurată de mașină este considerată fiabilă pentru sarcina suportată de eșantion, deoarece pierderile de energie la cadrul de testare sunt neglijabile. În schimb, măsurarea deplasării în dormitor nu este reprezentativă pentru eșantion, deoarece include deplasările tuturor componentelor cadrului de testare. Din acest motiv, de fapt, este necesară utilizarea unei metode alternative pentru măsurarea deformărilor probelor.

Metoda aleasă pentru măsurarea deformărilor eșantionului este corelația digitală a imaginii (CIN), care are avantajul de a permite observarea eșantionului ca întreg în timpul stresului. CIN este o tehnică dezvoltată pentru a efectua măsurători ale câmpurilor de deplasare și deformăție, din imagini succesive ale corpului observate pe o suprafață filmată. Folosind această tehnică, punctele definite pe o imagine de referință sunt situate pe imaginile distorsionate în timpul stresului folosind algoritmi iterativi pentru a determina deplasările punctuale. Astfel se obține câmpul de deplasare, în timp ce câmpurile deformațiilor sunt obținute prin derivarea câmpului de deplasare. Prin convenție, semnul deformațiilor este considerat pozitiv pentru întindere și negativ pentru contracție.

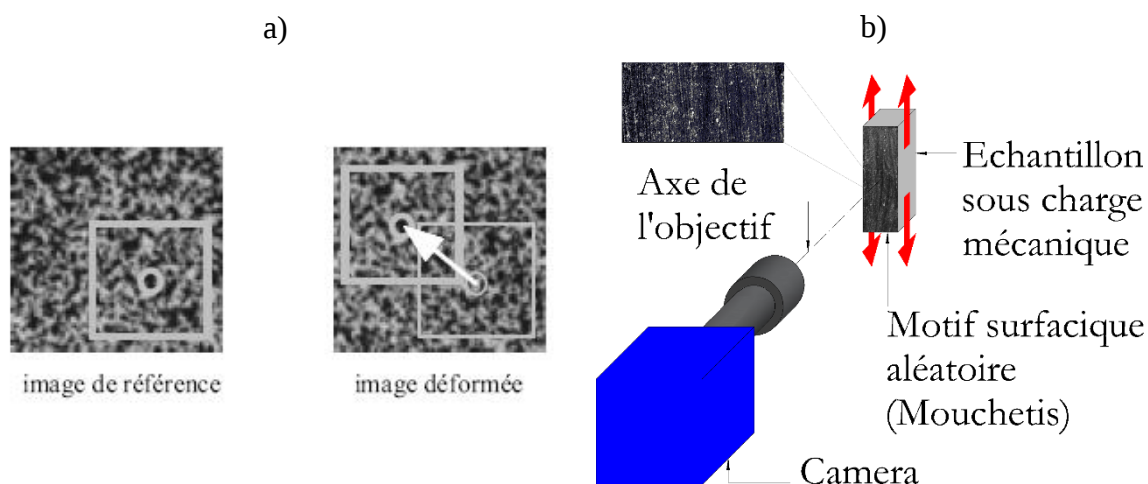


Figura 13 Principiul utilizării corelării de imagini numerice/digitale (CIN). Localizarea unei zone de corelare în interiorul unei zone de căutare (Hild, 2004) (a) ; Exemplu de observare prin CIN pe o față cu aplicarea unui pattern aleator în timpul încercării de întindere (b)

Pentru a permite măsurarea mișcărilor punctelor, punctele căutate sunt definite în imaginea de referință de nivelurile de gri ale pixelilor situați într-o zonă de corelație centrată în jurul punctului în cauză. Apoi, poziția acestei zone de corelație este localizată pe imaginile distorsionate într-o zonă de căutare mai mare, în urma iterațiilor succesive (Figura 13a). În aceste condiții, pentru a putea defini și apoi distinge zonele de corelație din imaginile succesive, este necesar să existe o distribuție aleatorie a punctelor atât în ceea ce privește forma lor, cât și nivelul lor de gri, pe suprafața analizată. În absența unei astfel de suprafețe eterogene în mod natural, această cerință este adesea îndeplinită ca urmare a aplicării unei pete pe suprafața observată de CIN. Pentru studiul de față, acest tip de pete a fost obținut prin aplicarea de pete luminoase pe un fundal întunecat (Figura 13b). În urma aplicării pattern-ului, măsurarea deplasării și deformăției a fost efectuată utilizând software-ul Trait Cine NRJ dezvoltat la LMGC, care funcționează în conformitate cu principiile menționate de Wattrisse și colab. (Wattrisse și colab., 2001).

În ceea ce privește modul de utilizare a CIN, două posibilități se disting în funcție de informațiile căutate: fie pentru a promova rata de înregistrare, fie pentru a promova rezoluția câmpurilor măsurate.

Prima posibilitate, aceea de a promova rata de înregistrare, este reprezentată de utilizarea unei camere de mare viteză pentru a înregistra mișcarea eșantionului în timpul solicitării. Avantajul acestei posibilități este de a putea observa eșantionul pe tot parcursul testului, inclusiv în timpul ruperii, grație frecvențelor de înregistrare care pot varia între 10.000 și 40.000 de imagini pe secundă. Această metodă a fost utilizată de Jebli (Jebli, 2016) pentru aceleași tipuri de teste mecanice efectuate în prezentul studiu, la întindere directă și la forfecare. Folosind această metodă, deformările asociate cu forțele măsurate de mașină au fost calculate printr-o procedură similară cu o măsurare de tip extensometru, între două elemente de suprafață situate în zona de interes (Figura 14 a). Rupturile observate folosind această metodă s-au dovedit a fi fragile, cu disipare bruscă de energie.

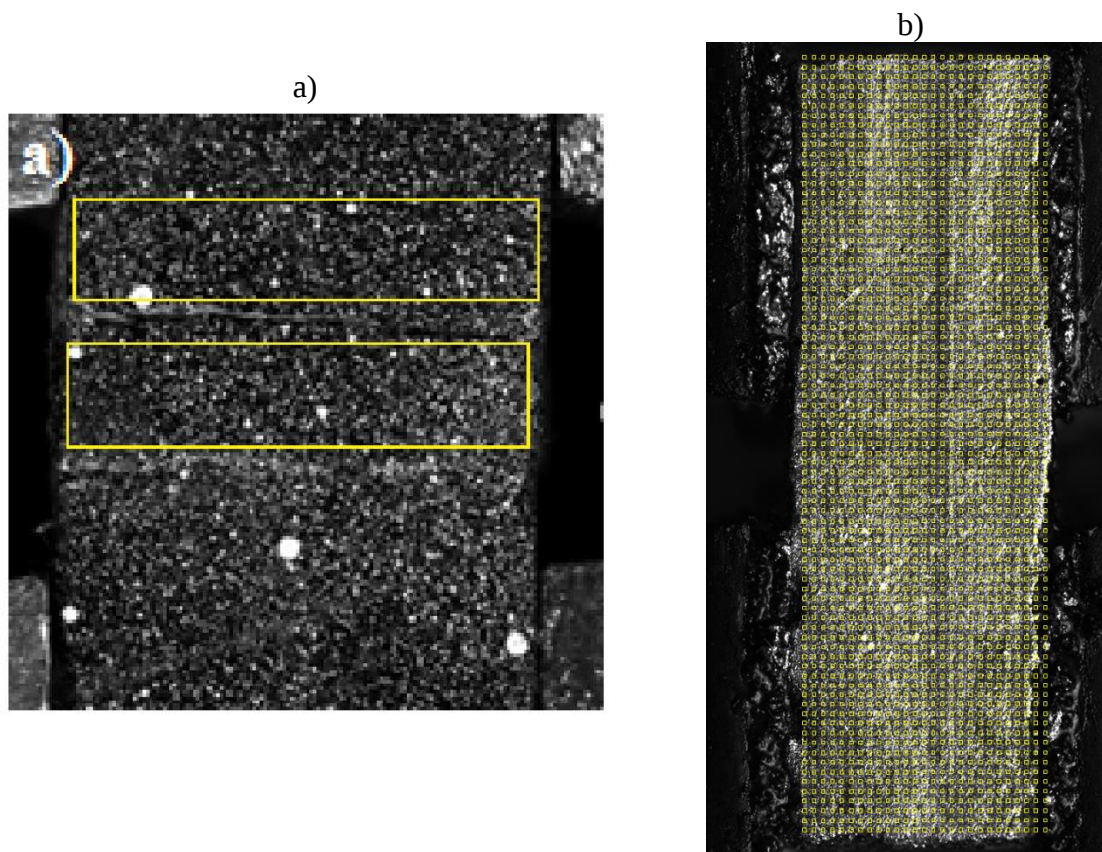


Figura 14 Zone de calcul a deplasărilor și deformațiilor prin CIN cu o cameră rapidă (Jebli, 2016) (a) și cu o cameră cu rezoluție înaltă (b)

Prin urmare, utilizarea unei camere de mare viteză sa dovedit a fi utilă inițial pentru a observa ruperea eșantionului. În studiul de față, același tip de ruptură a fost observat pe probele analizate. Prin urmare, având în vedere comportamentul la rupere a acestor probe cunoscute, s-a decis extinderea câmpurilor de observare a probelor, prin creșterea rezoluției suprafeței câmpurilor calculate.

Acest lucru a fost posibil ca urmare a utilizării unei camere de înaltă rezoluție, cu o rezoluție maximă de 16 MPx, care corespunde la $7,7 \times 7,7 \mu\text{m}^2 / \text{px}$, dar a cărei rată de înregistrare a fost mult mai mică, 4 -5 imagini / secundă. Folosind această metodă, câmpurile de deplasare și de deformație ar putea fi calculate cu o definiție mai bună pe suprafața probelor observate, prin creșterea numărului de măsurători punctuale efectuate (Figura 15b).

Cu toate acestea, datorită rezoluției ridicate a imaginilor, utilizarea acestui tip de cameră a necesitat mai multă rigoare în realizarea pattern-ului. O pată care asigură o dispunere dispersată și variată a nivelurilor de gri pe suprafața observată are ca rezultat o reducere a dimensiunii petelor, dar care acoperă și o gamă largă de niveluri de gri. În consecință, tehnica petelor a fost adaptată acestor cerințe prin reducerea dimensiunii petelor albe de vopsea aplicate și / sau prin aplicarea fulgilor strălucitori.

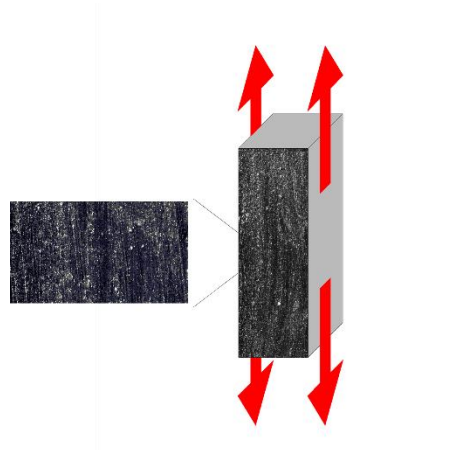


Figura 15 Exemplu de pattern aplicat pe fața exterioară a unui eșantion

Pe scurt, a fost implementat un dispozitiv de testare pentru a observa comportamentul mecanic al probelor de pastă de ciment și composite pastă/agregat pentru diferite tipuri de teste. Acest dispozitiv general permite măsurarea forței exercitate asupra probelor supuse unor sollicitări mecanice, precum și măsurarea câmpului de deplasare și de deformare a acestora. Diferite tipuri de teste pot fi obținute prin adaptarea cadrului conectat la mașina de testat, prin care se realizează stresul mecanic preconizat.

Diferitele tipuri de teste mecanice efectuate pe materiale cimentare sunt utilizate pentru a caracteriza comportamentul lor de la gama elastică până la defecțiune. Deși acest tip de material este cel mai adesea utilizat pentru rezistența la compresiune, comportamentul mecanic general este influențat de modul în care materialul rezistă defecțiunilor locale. Aceste rupturi locale apar și se propagă în diferite moduri de fisurare, în urma tensiunilor de întindere (modul I), forfecare (modul II) și torsiune (modul III).

Drept urmare, tipurile de teste utilizate în acest studiu tind să reproducă acest tip de stres, pentru a explora capacitatea materialelor de a le rezista. În tratamentul acestor teste, s-a ales să se concentreze asupra comportamentului materialelor până la sarcina maximă, favorizat de utilizarea unei camere de înaltă rezoluție. Trebuie remarcat faptul că este necesar un studiu al propagării fisurării, dar acest lucru necesită o instrumentare mai complexă și poate fi abordat în studiile ulterioare.

2.5.2. Dispozitiv de încercare pentru întindere

Observarea materialelor cimentare sub sarcină a dus la deducerea criteriilor de defecțiune care reflectă capacitatea lor de a rezista la sollicitări mecanice. Criteriile de defectare aplicabile betonului, cum ar fi Drucker-Prager sau Mohr-Coulomb, indică faptul că aceste materiale sunt mai vulnerabile la sollicitări de întindere. Rezistența lor la întindere redusă este limitată de prezența legăturilor pastă-agregate, care sunt slăbite de existența ITZ-urilor și care promovează inițierea rupturii.

Ca rezultat, s-a ales să promoveze în primul rând studiul comportamentului mecanic al legăturii pastă / agregat și al pastei pe acest tip de sollicitare mecanică, care este cel mai agresiv pentru material. Prin urmare, tipul de test discutat a fost cel al tracțiunii directe. Acest tip de test mecanic a fost efectuat pe probe de pastă, precum și pe composite turnate vertical și orizontal.

Folosind dispozitivul de testare general prezentat la punctul 2.5.1, testele de întindere au fost efectuate în conformitate cu o schemă de încărcare implementată de Jebli (Jebli, 2016). Conform acestei scheme de încărcare, aplicarea sarcinii pe eşantioane se face prin intermediul unor plăci metalice lipite pe fețele laterale ale eşantioanelor (Figura 16).

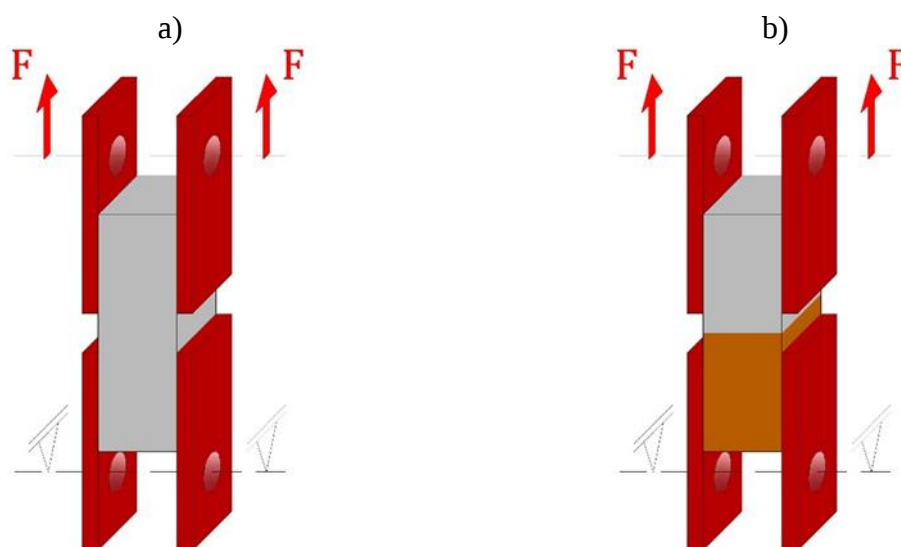


Figura 16 Schema statică a încercării de întindere pe pastă a) și compozit b)

Calculul câmpurilor de deplasare și de deformare a fost efectuat pe fața probei care a fost filmată în timpul tulpinii (Figura 17). Calculul tulpinilor medii a fost efectuat pentru a construi curbele de efort unitar / deformare în zona mijlocie a eşantionului (Figura 17) pentru a evita condițiile limită particulare la nivelurile plăcii. Pasul de plasă ales pentru calculul deplasării este de 50 pixeli - 350 μm .

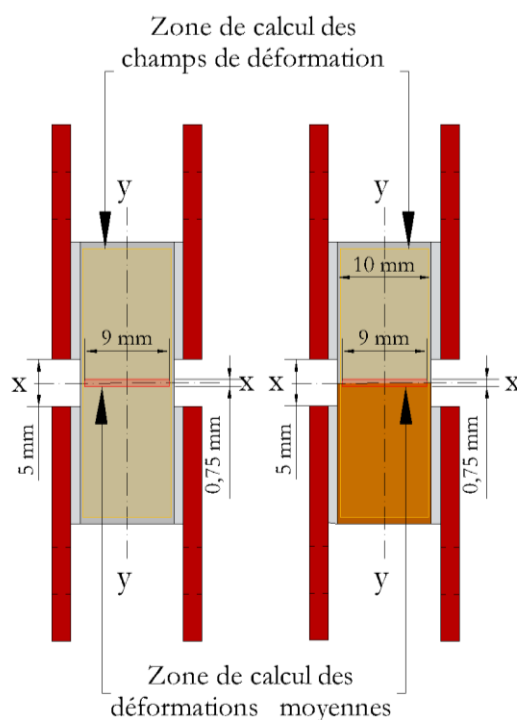


Figura 17 Vedere din față a zonei de calcul prin CIN

Câmpurile de deplasare au fost studiate în special pentru a detecta apariția fisurilor, deoarece s-au observat fisuri semnificative pe probele degradate. Pe câmpurile de deplasare, fisurile sunt vizibile pe imagine ca zone de discontinuitate (Figura 18).

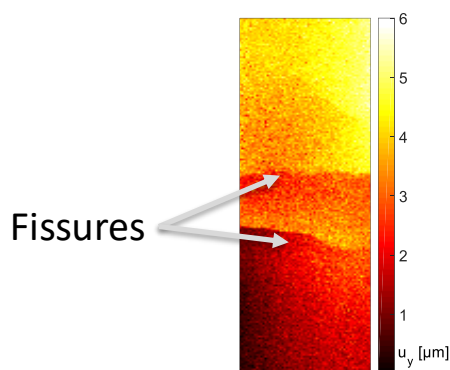


Figura 18 Fisurarea unui eșantion din pastă de ciment

2.5.2.1. Adaptarea dispozitivului de încercare

Testele de întindere pe beton sunt adesea afectate de o dispersie mare a rezultatelor, mai ales în ceea ce privește efort unitar la întindere. În general, dispersia mare a forțelor la rupere este parțial legată de o excentricitate a încărcării inerente condițiilor în care a fost stabilit testul (Zhou, 1988).

Prin urmare, o cantitate semnificativă de teste nereprezentative pentru măsurarea tensiunilor efective de rupere ar trebui exclusă în analiza rezultatelor (Lhonneur și colab., 2019). Strategia adoptată pentru a reduce dispersia rezultatelor a fost standardizarea condițiilor limită impuse de încărcare, prin limitarea ambelor defecte geometrice ale lipirii și reducerea influenței acestora asupra uniformității încărcării.

Soluția adoptată pentru a limita defectele geometrice este reprezentată de utilizarea unor aranjamente de lipire destinate să asigure poziționarea satisfăcătoare a plăcilor. Au fost testate două tipuri de ansamblu: pe de o parte, un ansamblu bazat pe o placă forată și, pe de altă parte, un suport și un ansamblu format din două jumătăți rigide ghidate.

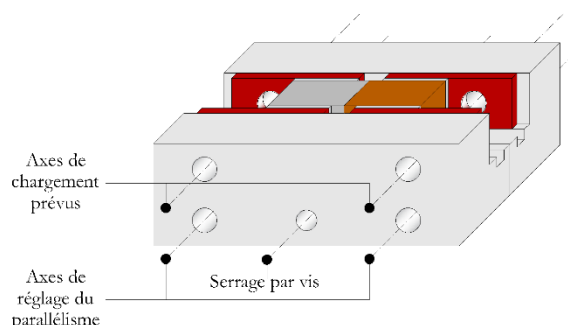


Figura 19 Montaj de asamblare prin lipire dotat cu două jumătăți ghidate

Ansamblul adeziv utilizat constă din două jumătăți rigide și ghidate (Figura 19b). Cele două axe de reglare a paralelismului situate în partea inferioară a ansamblului au fost destinate să permită doar translarea relativă a jumătăților. Cele patru plăci de montaj au fost apoi poziționate în interiorul cadrului, cu cele două fălci separate. Totul a fost apoi strâns prin șurubul din partea de jos. Această configurație a ajustat în mod satisfăcător paralelismul plăcilor și al axelor de aplicare a sarcinii și a fost selectată pentru utilizare în pregătirea probelor pentru testare.

Precizia geometrică a ansamblului se exprimă prin eroarea maximă de paralelism la nivelul axelor de încărcare. Această precizie a fost obținută prin minimizarea jocului dintre știfturile de poziționare și găurile lor. Se exprimă prin distanța maximă dintre o linie imaginară care leagă centrele găurilor a două plăci situate față în față și o linie orizontală care trece prin centrul primei axe luată ca referință. Valoarea astfel obținută este egală cu 0,1 mm.

Odată ce defectele geometrice au fost reduse la o valoare satisfăcătoare, dispozitivul de încărcare a fost examinat. Dispozitivul de încărcare inițial consta din două piese în formă de U legate rigid la mașina de testat și fiecare conectată, printr-un pivot, la plăcile de încărcare a probelor. Problema cu acest dispozitiv de încărcare a fost că axa pivotului de încărcare nu a coincis cu axele plăcilor de montare din cauza imperfecțiunilor geometrice ale lipirii. Sistemul era apoi hiperstatic și necesita eliberarea a cel puțin un grad de libertate pentru a încălca uniform toate plăcile.

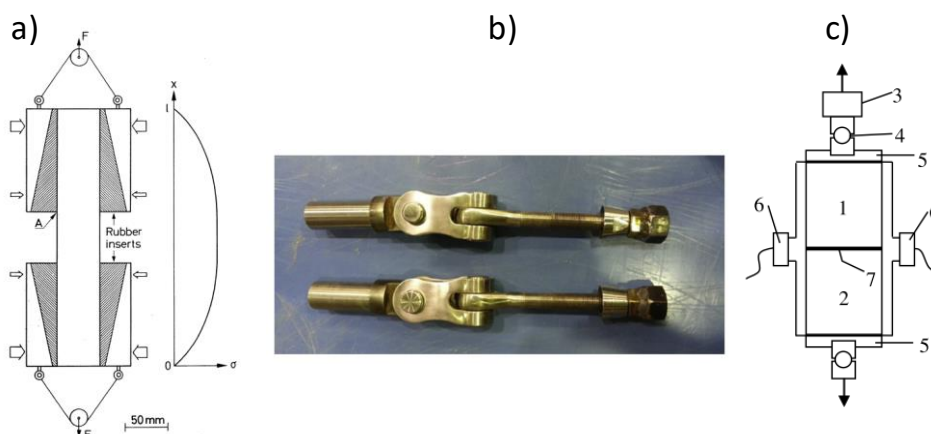


Figura 20 Diferite dispozitive folosite pentru rezolvarea problemei excentricității solicitării (Alhussainy et al., 2016; Dong et al., 2016; Petersson, 1981)

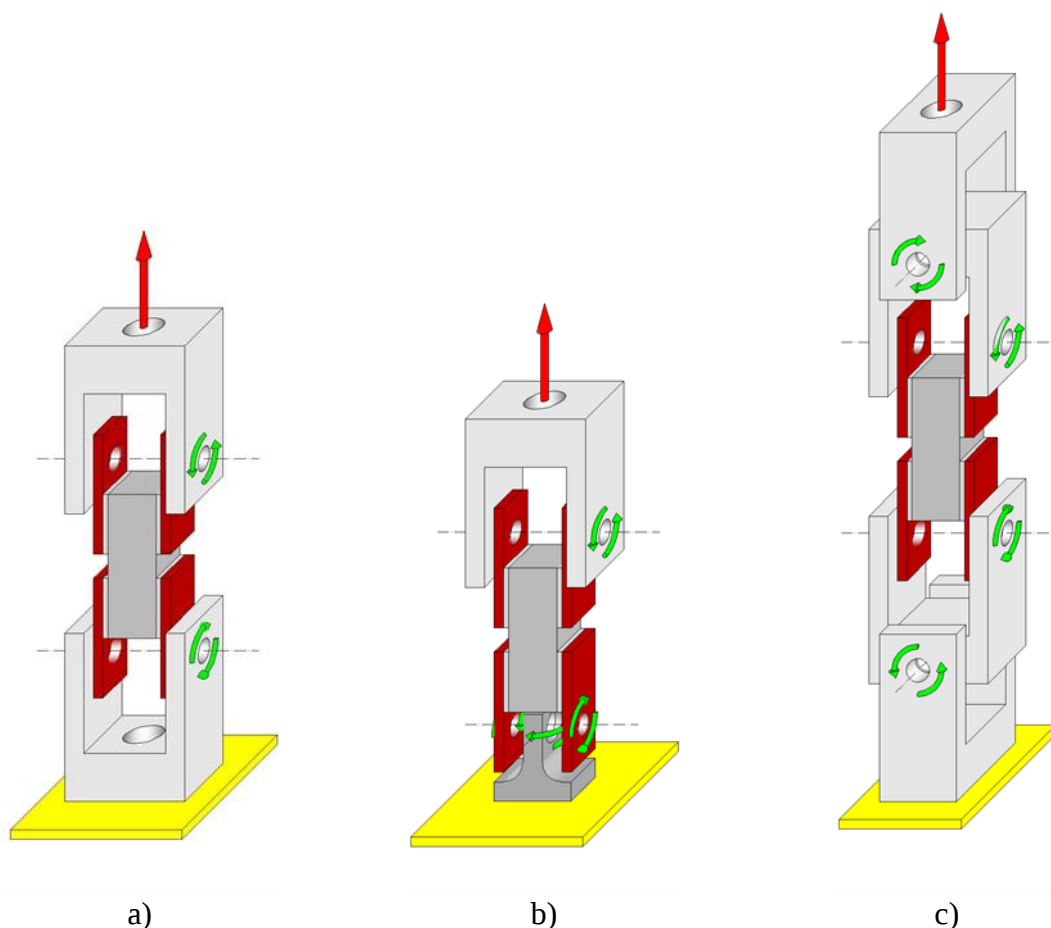


Figura 21 Configurații încercate în prezentul studiu

Pentru a depăși acest defect, a fost necesar să adăugați un mecanism care să permită încărcarea centrată. Într-adevăr, această problemă de centrare a sarcinii este cunoscută și a fost menționată în literatură drept o dificultate majoră în efectuarea testelor de întindere pe beton (Mier și Vliet, 2002). De aceea, au fost propuse mai multe soluții, dintre care trei vom menționa pe scurt. O platformă cu două scripeți și cabluri legate de plăcile de fixare a fost utilizată de Petersson (Petersson, 1981) (Figura 20a). Alhussainy (Alhussainy și colab., 2016) a folosit două articulații universale care eliberează rotațiile (Figura 20 b) în timp ce articulațiile sferice cu bile au fost utilizate de (Dong și colab., 2016; Ferro, 1994) (Figura 20 c)

Dispozitivul de încărcare utilizat este bi-articulat în părțile superioare și inferioare (Figura 21 c). Acest lucru a fost realizat prin adăugarea a două piese în formă de U găurite în timpul asamblării inițiale, legate de piesele U fixe prin intermediul a doi pivoți. Astfel, la ambele capete ale eșantionului, rotațiile sunt eliberate în jurul a două axe ortogonale perpendiculare pe direcția de încărcare.

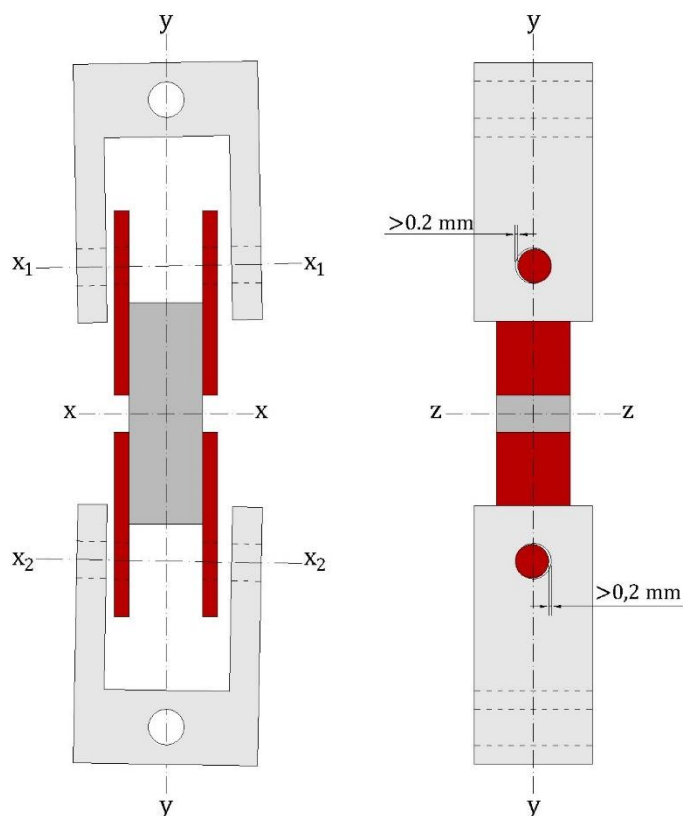


Figura 22 Orientarea eșantionului în timpul încercării de întindere

Din punct de vedere geometric, avantajul acestei din urmă configurații este posibilitatea obținerii unei încărcări paralele cu axa longitudinală a eșantionului în ciuda defectelor geometrice. Acest lucru se datorează faptului că primul pivot permite aplicarea sarcinii pe toate cele patru plăci, în timp ce al doilea pivot permite eșantionului să se alinieze vertical. În plus, lăsând o distanță mai mare pentru defectele geometrice în planul transversal între axele de încărcare și găurile părților U, poziționarea probei este liberă (Figura 22).

În cele din urmă, această configurație a îmbunătățit uniformitatea încărcării pe secțiunea transversală a eșantionului, momentele rătăcite datorate excentricității aplicării sarcinii fiind mult reduse. Prin urmare, acest dispozitiv de încărcare a fost ales pentru testele de întindere directă.

Apoi, pentru a evalua efectul utilizării ansamblului adeziv și a dispozitivului de încărcare bi-articulat cu 2 pivoți, a fost studiată distribuția statistică a forțelor la spargerea probelor de pastă de ciment (Figura 23). Acest lucru a fost făcut prin compararea rezultatelor obținute din utilizarea acestor accesorii cu cele obținute în configurația inițială.

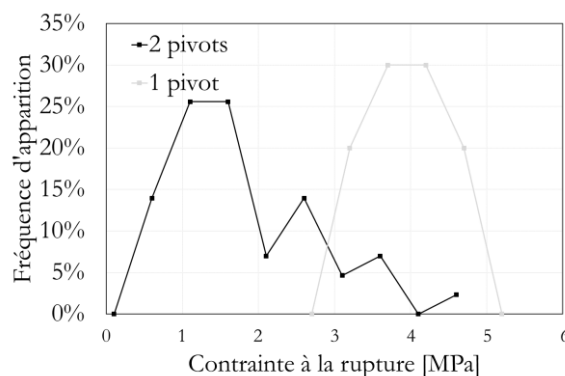


Figura 23 Frecvența de apariție a eforturilor la rupere a eșantioanelor pentru configurația cu 1 pivot și pentru cea cu 2 pivoți

Pentru configurația inițială, cu 1 pivot și fără ansamblu adeziv, a fost studiat un set de 50 de probe. Se observă o dispersie puternică a tensiunilor de rupere cu densități de frecvență înaltă răspândite între 1 MPa și 4 MPa. Pentru a doua configurație cu ansamblu adeziv și doi pivoți, a fost studiat un set de 10 probe. Observăm o distribuție statistică monofazică care converge spre media de 3,9 MPa. Această valoare este apropiată de cea care corespunde unui alt vârf de frecvență secundar pe configurația cu 1 pivot și fără ansamblu adeziv, pentru o valoare de 3,6 MPa. Cu toate acestea, pentru această configurație, doar 15% din valori sunt concentrate în jurul vârfului de 3,6 MPa, în timp ce pentru configurația cu 2 pivoți toate valorile sunt situate în jurul valorii de 3,9 MPa. Prin urmare, se poate concluziona că utilizarea dispozitivului de lipit și adăugarea unui pivot au dus la o îmbunătățire considerabilă a repetabilității cu privire la forța de rupere a pastei.

În rezumat, a fost implementat un test de întindere pentru a urmări forța aplicată, deformația și apariția fisurării pastelor de ciment și a probelor compozite de pastă / agregat în timpul stresului. În acest sens, pentru a asigura o reprezentativitate satisfăcătoare a rezultatelor obținute, sunt utilizate accesorii suplimentare pentru a standardiza efort unitara mecanică în timpul testului.

2.6. Concluzie

Comportamentul mecanic al zgomotului sau betonului degradat prin levigare este influențat de existența ITZ, care afectează proprietățile legăturii pastă/agregat. Cu toate acestea, magnitudinea acestei influențe este dificil de estimat din cauza dificultății în izolarea legăturilor pastă-agregate pentru a studia proprietățile acestora. Cu toate acestea, este necesară o cunoaștere mai aprofundată a proprietăților mecanice ale acestor legături pentru a aprecia comportamentul mecanic al betonului pe termen lung. În aceste condiții, a fost dezvoltat un protocol experimental pentru a analiza influența degradării asupra proprietăților mecanice ale legăturii pastă/agregat și asupra celor ale pastei.

În acest sens, pentru a evalua comportamentul mecanic al betonului degradat la scara locală a legăturii pastă/agregat, este necesară în prealabil analiza degradării chimice. Ca rezultat, au fost abordate mai multe aspecte conexe pentru a face observațiile posibile și reprezentative. Scopul general este de a pregăti și condiționa probele cu configurații adecvate pentru a permite analize la scară microstructurală și teste mecanice la scară locală. Măsurarea grosimilor degradate este menită să determine cinetica degradării. În ceea ce privește testele mecanice, acestea sunt efectuate pentru a analiza rigiditățile și rezistențele legăturii pastă/agregat și ale pastei. A fost

efectuată o adaptare a dispozitivelor de testare la scară locală pentru a extinde câmpul de observație și a crește reprezentativitatea rezultatelor.

Probele utilizate pentru analizele avute în vedere sunt de formă paralelipipedică, în pastă de ciment și compozite de pastă/agregat. În zona de interes, secțiunile lor transversale sunt pătrate de 10x10 mm², permițând la acest nivel calcularea progresului degradării chimice și a stării de solicitare sub solicitare mecanică. Aceste probe au fost fabricate în matrițe flexibile din silicon pentru a facilita turnarea și decofrarea, dar și pentru a minimiza interferența metodei de fabricație cu măsurarea proprietăților probelor. După fabricare, probele au fost conservate în o baie cu apă și var timp de 40 de zile, pentru a permite o hidratare optimă și pentru a preveni crăparea. După perioada de hidratare, o serie de probe au fost supuse individual degradării accelerate unidirecționale în soluție de azotat de amoniu. Alegerea acestei metode de levigare este justificată de rata ridicată de degradare și de natura scenariului de degradare generat, care este similar cu scenariul inițial.

Cinetica degradării este definită ca schimbarea grosimii degradate în timp, determinată din analiza imaginii secțiunilor transversale. Utilizarea analizei imaginii pentru măsurarea grosimii degradate este facilitată de contrastul dintre nivelul de gri al zonei degradate și cel al zonei sănătoase.

Testele mecanice au fost cuplate cu corelația digitală a imaginii (CIN) pentru calcularea deplasărilor și deformărilor. Măsurarea deplasărilor și deformărilor de către CIN a fost efectuată cu ajutorul unei camere de înaltă rezoluție, cu scopul de a obține o precizie satisfăcătoare a câmpurilor de deplasări și deformări locale și globale. Folosind această metodă, se obțin curbe de efort unitar / deformație din care sunt determinate proprietățile mecanice ale probelor, precum și câmpurile de deplasare și de deformație.

Testul de întindere direct se efectuează pe probe paralelipipedice de pastă de ciment și compozite. Principiul testului este de a aplica sarcina de întindere pe 4 plăci lipite pe 2 laturi opuse ale probei, care sunt perpendiculare pe cea observată de CIN. O atenție deosebită a fost acordată acestui test de întindere, cu scopul de a îmbunătăți și standardiza condițiile experimentale de încărcare. Strategia adoptată a fost de a controla condițiile limită impuse probelor prin efectuarea unui ansamblu de lipire a plăcilor de încărcare și prin utilizarea unui dispozitiv de încărcare bi-articulat. Ansamblul adezivului a fost conceput pentru a minimiza defectele geometrice și pentru a garanta paralelismul satisfăcător al axelor de încărcare. Ulterior, bi-articularea dispozitivului de încărcare a ajutat la uniformizarea distribuției sarcinii pe plăcile de încărcare, minimizând efectul defectelor geometrice ale lipirii. Aceste două măsurători au permis astfel o îmbunătățire semnificativă a repetabilității rezultatelor.

Celelalte două tipuri de test, forfecare directă și forfecare în formă de Y inversată, au fost efectuate pentru a lărgi câmpul de observare și a verifica rezultatele testelor de întindere. Aceste rezultate se referă la efectul ITZ asupra comportamentului mecanic al legăturii pastă / agregat, precum și la măsurarea deformărilor de către CIN. În ceea ce privește testul de forfecare directă, dispozitivul de încărcare este cel proiectat și utilizat în cadrul tezei lui Jebli (Jebli, 2016), a cărui forfecare se obține între două cutii rigide în urma traducerii uneia dintre ele. Pentru exemplarele în formă de Y inversate, dispozitivul de încărcare a fost conceput pentru a asigura o uniformitate satisfăcătoare a sarcinilor distribuite la cele două interfețe, situate în dreapta și în stânga blocului central.

Analizând aspectele prezentate, acest protocol experimental are o vocație de bază, aceea de a permite evaluarea efectului leșierii asupra comportamentului mecanic al betonului la scară locală.

3. Rezultate și discuție

Proprietățile mecanice ale betonului degradate prin levigare depind de fenomenele care apar la scara locală a legăturii pastă / agregat. Cu toate acestea, o explorare pe această scară necesită o metodologie experimentală orientată spre legătura care există între degradarea chimică și proprietățile mecanice ale materialului. În acest sens, un protocol experimental a fost definit în capitolul anterior. Prin urmare, în acest capitol, vor fi prezentate rezultatele obținute folosind acest protocol experimental. Pentru a susține aceste rezultate și datorită unei anumite metodologii experimentale, utilizarea metodelor experimentale conexe permite verificarea rezultatelor obținute.

În primul rând, se analizează cinetica degradării probelor. Obiectivul de bază este de a determina, pentru mai mulți timpi de degradare, rata degradării chimice a ITZ și a pastei de ciment, care este o variabilă caracteristică pentru progresul degradării.

Pentru a accesa proprietățile mecanice ale legăturii pastă/agregat și ale pastei, se efectuează mai întâi teste mecanice locale pe probe de sunet. Proprietățile mecanice sunt obținute prin curbe de efort unitar/deformație, în timp ce informații suplimentare sunt dezvăluite de câmpurile de deplasare și de deformație.

După această etapă, efectul degradării chimice asupra proprietăților mecanice ale pastei de ciment și ale legăturii pastă/agregat în raport cu rata de degradare chimică.

3.1. Cinetica degradării

Măsurarea grosimii degradate a fost efectuată în urma analizei evoluției nivelului de gri pe secțiunea transversală. Acest lucru a fost posibil prin contrastul evident dintre nivelul de gri al zonelor degradate la capetele secțiunii transversale și zona nedegradată din mijloc.

Profilurile de nivel de gri au fost reprezentate de-a lungul medianei secțiunii transversale, conform metodei prezentate la punctul 2.4. Pe aceste profiluri de nivel de gri, măsurarea grosimilor degradate ale pastei e_{dp} și la interfața e_{di} a fost posibilă datorită delimitării zonelor sănătoase și degradate.

Imaginile secțiunilor transversale ale probelor de pastă de ciment, împreună cu profilurile de nivel de gri asociate, fiecare timp de degradare sunt prezentate în Figura 24.

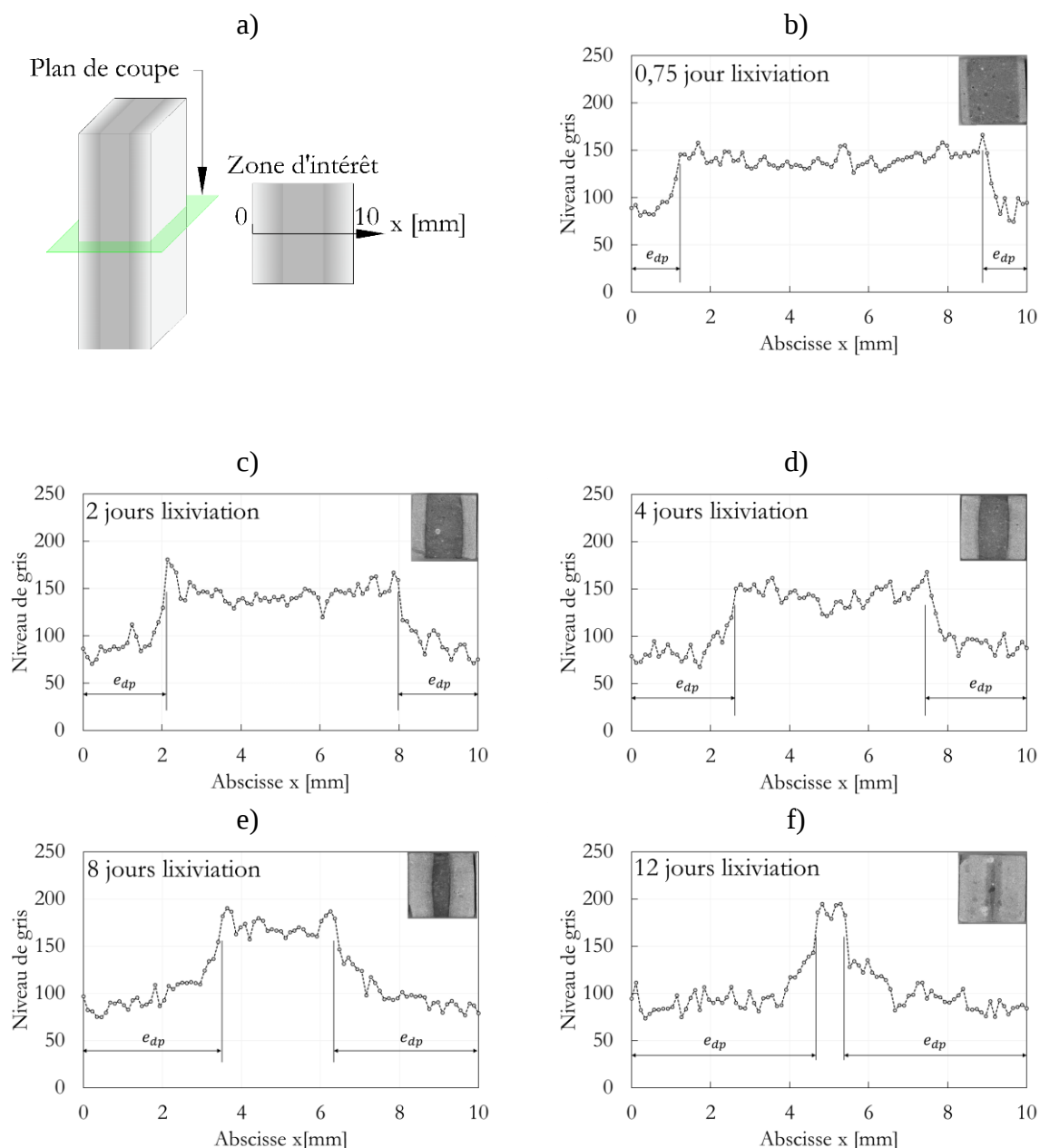


Figura 24 Evoluția nivelului de gri pe mediane secțiunii transversale a eșantioanelor din pastă. Principiu(a) ; Eșantioane după 0,75 zi (b), 2 zile (c), 4 zile (d), 8 zile (e) și 12 zile (f) de levigare

În această figură, observăm că nivelul de gri este ridicat în zona nedegradată, în timp ce este mai scăzut în zona degradată. În zona degradată, există o zonă intermediară în care scăderea nivelului de gri este rapidă și variază între valoarea ridicată întâlnită în zona nedegradată și valoarea redusă întâlnită la sfârșitul zonei degradate.

Odată efectuată măsurarea grosimilor degradate obținute prin analiza imaginii, a fost posibilă determinarea cineticii degradării prin intermediul relației dintre grosimea degradată și rădăcina pătrată a timpului, ilustrată în Figura 25. În această figură, observăm că evoluția grosimii degradate în funcție de rădăcina pătrată a timpului poate fi aproximată printr-o linie dreaptă. Proporționalitatea grosimii degradate față de rădăcina pătrată a timpului este o consecință a naturii difuzive a cineticii de levigare în soluția de azotat de amoniu (Carde și colab., 1996;

Mainguy și colab., 2000; Nguyen, 2005). În cazul nostru, putem aborda valoarea grosimii degradate a pastei e_{dp} în funcție de timp prin:

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

unde j este timpul de degradare exprimat în zile.

Datorită cunoașterii grosimii degradate, este necesar să se definească starea de progres a degradării printr-o variabilă care poate fi asociată cu evoluția proprietăților mecanice. Această variabilă este reprezentată de rata de degradare chimică $\delta_{pâte}(t)$, calculată pentru fiecare timp de degradare t și definită ca raportul dintre aria suprafeței degradate a secțiunii transversale $A_{d\ pâte}(t)$ și aria totală a secțiunii transversale A_t :

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

unde $e_{dp}(t)$ reprezintă grosimea medie degradată măsurată pentru un timp de degradare dat; l reprezintă dimensiunea secțiunii transversale pătrate de 10 mm.

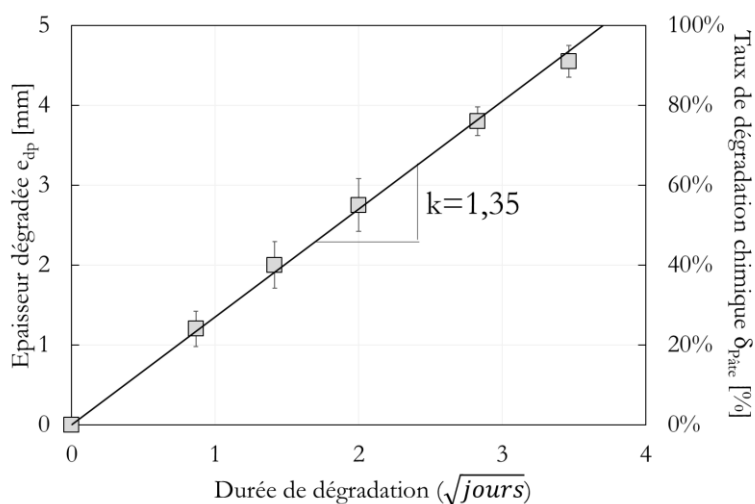


Figura 25 Cinetica de degradare a pastei

În ceea ce privește factorul de proporționalitate între grosimea degradată și rădăcina pătrată a timpului de degradare exprimat în zile, valoarea acestuia este de 1,35. Această valoare este substanțial similară cu cea obținută de Carde (Carde și François, 1997a) pe cilindrii de pastă de ciment (diametre între 10 și 30 mm) cu o compoziție chimică similară: ciment Portland pur CEM I și a / c de 0,4. Pe de altă parte, acest factor de proporționalitate este mai mic de 2, valoare obținută de Jebli (Jebli, 2016) care a folosit un protocol de degradare similar, dar pe un material mai difuziv: pasta de ciment CEM II cu a / c de 0,5. Alți factori de proporționalitate mai mari au fost obținuți de cercetătorii care au folosit mijloace suplimentare de accelerație, cum ar fi agitația continuă (Heukamp, 2003; Le Bellégo, 2001).

După măsurarea grosimilor degradate pe probele de pastă, grosimile degradate au fost măsurate și pe probele compozite. Pentru aceste eșantioane compozite, profilurile de nivel de gri obținute la interfață și la miezul pastei de ciment pentru diferiți timpi de degradare sunt prezentate în Figura 26.

În această figură, se observă în general că, prin creșterea timpului de degradare, grosimile degradate măsurate la interfață și în pasta de ciment cresc. Cu toate acestea, în timp, grosimea degradată măsurată la interfață începe să devină mai mare decât cea măsurată în pastă.

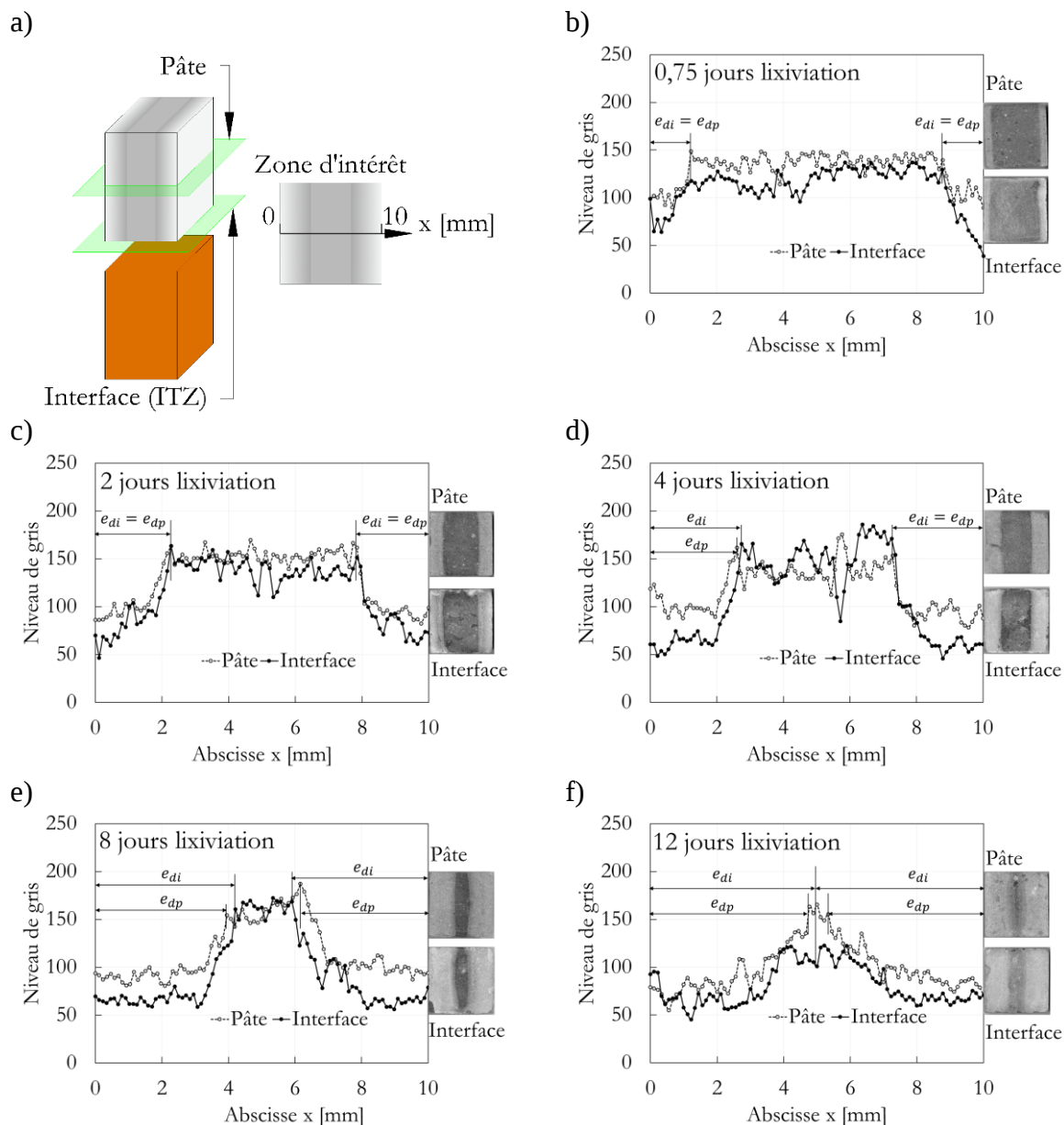


Figura 26 Evoluția nivelului de gri pe mediane secțiunilor transversale a compozitelor, la interfață și în pastă. Principiu (a) ; Eșantioane compozite după 0,75 zile (b), 2 zile (c), 4 zile (d), 8 zile (e) și 12 zile de levigare (f)

Grosimea degradată măsurată la interfața e_{di} a fost considerată reprezentativă pentru ITZ, deoarece a fost măsurată la interfață. Din această grosime degradată a ITZ, rata de degradare chimică a ITZ, δ_{ITZ} a fost calculată într-un mod analog cu cel al pastei (relația (3.2)). În ceea ce privește grosimea degradată măsurată la miezul pastei pe probe compozite, este similară cu cea măsurată pe probe de pastă pură.

Ulterior, pentru a evalua modificarea relativă a vitezei de degradare chimică a ITZ în comparație cu cea a pastei, raportul dintre aceste două cantități a fost calculat pentru fiecare probă

compozită. Prin urmare, în Figura 27, evoluția acestui raport relativ mediu este reprezentată în funcție de rata medie de degradare a pastei asociată cu același timp de degradare.

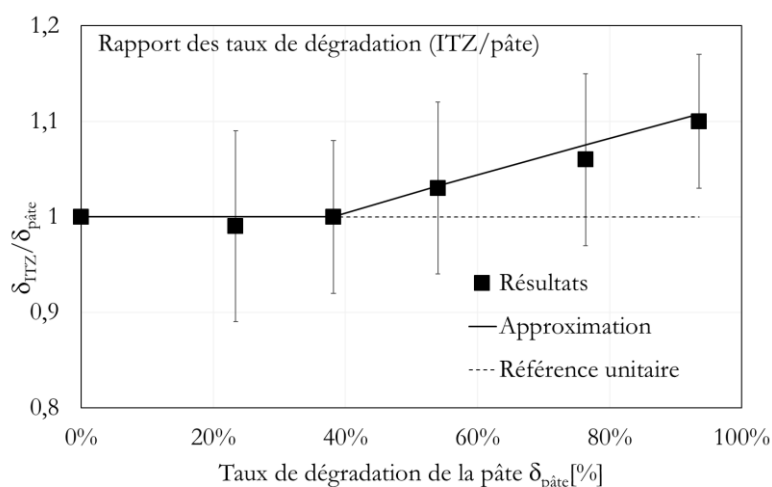


Figura 27 Evoluția raportului dintre cinetica degradării ITZ și cea a pastei

În această figură, se poate observa că în domeniul ratelor de degradare sub 40%, raportul dintre rata de degradare chimică a ITZ și cea a pastei este aproape unitară. Pentru rate de degradare chimică mai mari de 40%, cinetica degradării ITZ accelerează până la un raport maxim de aproximativ 1,1. Într-adevăr, în acest moment, ITZ este complet degradată (Figura 26), în timp ce, în inima pastei de ciment, observăm încă o zonă nedegradată.

Pe parcursul tuturor observațiilor făcute în acest paragraf, cinetica modelată a degradării chimice a pastei și a ITZ este prezentată în Figura 28. Această cinetică a degradării este reprezentată de cursul timpului al vitezei de degradare chimică. Viteza degradării chimice a ITZ și a pastei coincide la început și sunt proporționale cu rădăcina pătrată a timpului. Accelerarea cineticii degradării ITZ este o consecință a difuzivității crescute. Acest fenomen apare mai întâi în urma creșterii semnificative a porozității generate de dizolvarea portlanditei la ITZ degradată. Un alt factor care poate accelera și mai mult cinetica de degradare a ITZ este fisurarea interfeței. De fapt, de la 8 zile de levigare, probele devin pre-crăpate, în urma degradării chimice. Cu toate acestea, efectul suplimentar al fisurării asupra accelerării cineticii degradării ITZ nu este semnificativ.

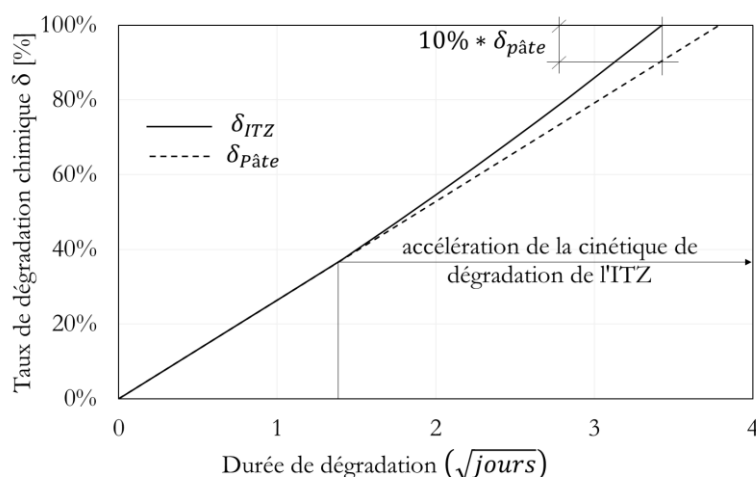


Figura 28 Cinetica de degradare modelată a ITZ și a pastei

3.2. Influența levigării asupra comportării mecanice a betonului la scara macroscopică locală a interfeței

În această subsecțiune, efectul levigării asupra proprietăților mecanice ale pastei de ciment și ale compozitelor pastă de ciment/agregat a fost investigat în sprijinul testării la întindere. Efectul degradării chimice asupra rigidității și rezistenței probelor va fi dedus prin curbe de efort unitar / deformație. Această analiză va fi completată de o discuție a influenței fisurării care se observă asupra acestor probe degradate. În acest sens, pentru fiecare viteză de degradare asociată cu cei 5 timpi de degradare, au fost analizate 10 probe de pastă de ciment și 10 compozite.

Se menționează că probele compozite turnate vertical au fost utilizate pentru testare datorită unei legături mai puternice de pastă / agregat decât în cazul compozitelor turnate orizontal. Alegerea acestui tip de compozit a făcut posibilă păstrarea aderenței suficiente între pastă și agregat pentru rate de degradare ridicate, pentru a putea observa pierderea de aderență la interfață pe o zonă suficient de mare.

3.2.1. Evoluția proprietăților mecanice

Pentru a accesa curbele de efort unitar / deformație reprezentative pentru probe, orientarea probelor în raport cu camera a fost aleasă pentru a permite stresul uniform pe zone sănătoase și degradate. Având în vedere acest lucru, Figura 29 arată orientarea fețelor probelor degradate observate prin corelarea imaginilor digitale în timpul testării la întindere.

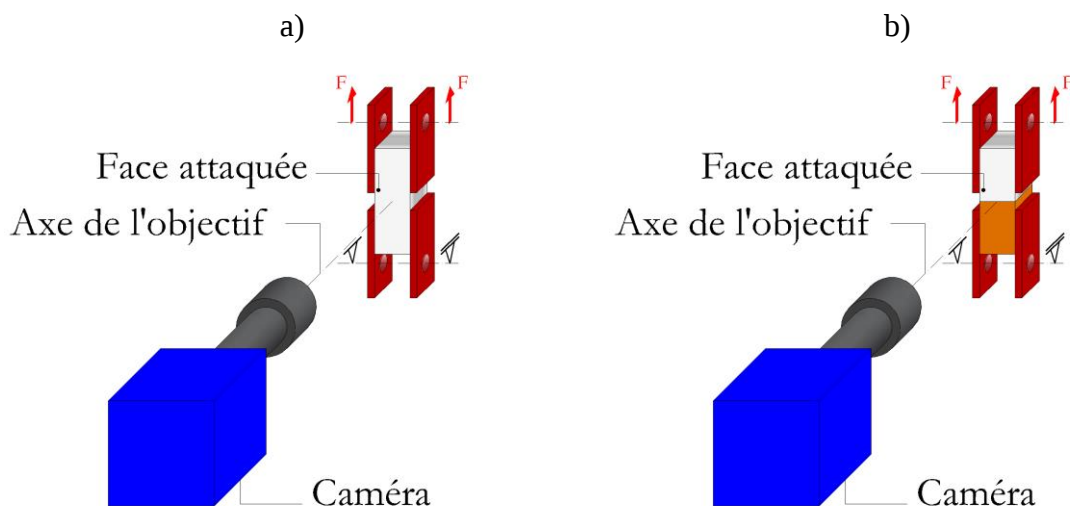


Figura 29 Orientarea eșantioanelor din pastă de ciment și compozite în timpul încercării de întindere pe pastă (a) și compozit (b)

Pe eșantioanele degradate, măsurători ale deplasărilor și deformărilor prin CIN au fost efectuate pe o față atacată care era în contact cu soluția agresivă. În ceea ce privește plăcile de încărcare, acestea au fost lipite pe o față paralelă cu direcția de degradare. Acest lucru are ca rezultat încărcarea paralelă a zonei sănătoase și a celor două zone degradate situate pe o parte a zonei sănătoase. Prin urmare, în această configurație, fața observată de CIN este cea care a suferit cea mai semnificativă degradare chimică. Cu toate acestea, datorită încărcării paralele a zonelor sănătoase și degradate, deformările măsurate pe această față sunt reprezentative pentru întreaga probă.

În urma utilizării acestei configurații pentru încărcarea și observarea deformațiilor, s-au obținut curbe stres-deformație. Stresurile și tulpinile au fost calculate în același mod ca și pentru probele de sunet, în funcție de relații. Figura 30 prezintă curbele de solicitare / deformație a pastelor de ciment și a probelor compozite pentru diferite rate de degradare. Spre deosebire de probele sănătoase pentru care curbele de efort unitar / deformație au fost obținute prin aproximare liniară, cele ale probelor compozite au fost determinate prin aproximare polinomială din curbele brute. Alegerea acestui tip de aproximare este justificată de modificările pantei care se observă pe aceste curbe.

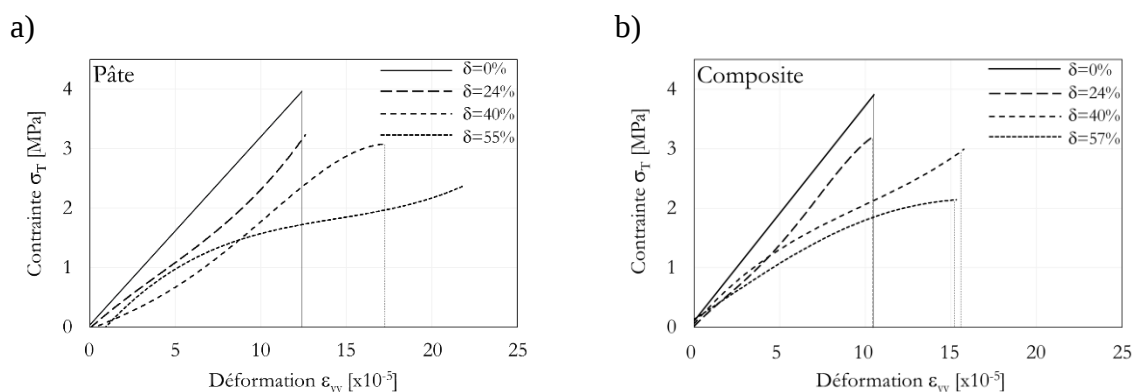


Figura 30 Curbă efort unitar/deformație a eșantioanelor degradate din pastă (a) și compozite (b)

Pe aceste curbe de efort unitar / deformație, observăm, în sens larg, că probele devin mai puțin rezistente și mai puțin rigide atunci când ratele de degradare cresc. Pentru eșantioanele degradate, curbele lor de efort unitar / deformație prezintă porțiuni neliniare ale curbei, a căror amploare crește odată cu creșterea ratei de degradare. Partea neliniară manifestată prin înmuierea curbei este o consecință a fisurării.

Luând în considerare obiectivul mai larg de evaluare a comportamentului mecanic al probelor degradate, în primul rând a fost analizată evoluția modulului Young al pastei și al compozitului în funcție de rata degradării chimice.

Modulul Young al probelor a fost obținut în partea de pre-fisurare a curbelor de efort unitar / deformație, unde comportamentul este presupus a fi elastic liniar. Un astfel de exemplu de curbă este prezentat în Figura 34.

Ca urmare a determinării moduli lui Young a probelor, evoluția lor în funcție de rata de degradare chimică este prezentată în Figura 31, pentru pasta și pentru compozit.

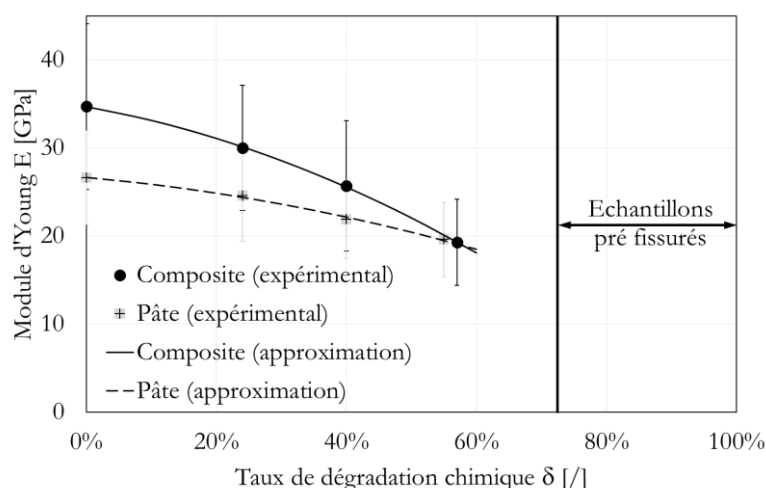


Figura 31 Evoluția modulului lui Young al pastei și al compozitului în funcție de rata de degradare chimică

În această figură, evoluția modulelor lui Young de pastă de ciment și probe compozite au fost approximate prin curbe polinomiale. Aceasta este o abordare similară cu cea utilizată de alți autori în literatură (Carde și François, 1997a; Le Bellégo, 2001; Nguyen, 2005) care au studiat

evoluția proprietăților mecanice ale materialelor cimentate (pastă, mortar sau beton), în compresie sau în îndoire. Acești autori găsesc, în general, o evoluție liniară a rigidității și rezistenței în funcție de rata de degradare la diferite scări (de la cilindri de 10 mm la grinzi de 40x320 mm în secțiune). În cazul nostru, evoluția modulelor Young ale probelor a fost aproximată prin curbe polinomiale, deoarece panta descrescătoare este accentuată prin creșterea ratei de degradare.

Modificările în modulele Young ale pastei și compozitelor au fost obținute pentru rate de degradare chimică de până la 57%. Pentru rate de degradare mai mari, modulul Young nu a mai fost măsurat deoarece probele au fost pre-crăpate înainte de încărcare. Această pre-fisurare are loc fie în pastă, fie în interfața pastă / agregat în cazul probelor compozite. Conform literaturii, pre-crăparea din cauza degradării chimice are loc ca urmare a dezvoltării pre-stresului generat de contracția pastei. Această fenomenologie a fost observată și analizată mai detaliat de (Burlion și colab., 2007; Rougelot și colab., 2010). De fapt, ca urmare a contracției endogene și a contracției de decalcifiere a pastei, concentrațiile de stres se acumulează în timpul levigării între zona nedegradată și zona degradată a pastei și la interfața dintre pasta de ciment și agregat. . Odată ce aceste solicitări depășesc rezistența la întindere a materialului degradat, fisurile se deschid.

În aceeași figură, observăm că scăderea modulelor Young ale compozitului este mai pronunțată în comparație cu pasta de ciment, dar valorile modulelor Young ale compozitului sunt mai mari decât cele înregistrate pentru pastă. Cu toate acestea, o comparație directă între aceste două cantități nu este relevantă, deoarece compozitul conține o jumătate agregată, care nu este afectată de levigare pe durata studiului, în conformitate cu observațiile efectuate de Jebli (Jebli, 2016).

În aceste condiții, pentru a putea evalua influența ITZ asupra pierderii rigidității legăturii pastă de ciment/agregat, s-a decis să se facă referire la cazul unei legături perfecte. Modelul cu două arcuri legate în serie (pastă și agregat) face posibilă calcularea modulului echivalent de elasticitate al compozitului în ipoteza contactului perfect pentru fiecare nivel de degradare. Acest modul imaginar al compozitului ideal cu legătură perfectă a fost calculat pe baza ratei degradării chimice. Pentru o anumită rată de degradare chimică δ , modulul Young al compozitului ideal $E_{cp}(\delta)$ a fost calculat din modulul pastei corespunzător aceleiași rate de degradare chimică $E_p(\delta)$ și modulul Young al agregatului E_g urmând un raționament similar cu cel prezentat în capitol:

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

După calculul modulului Young al compozitului ideal prin această formulă, evoluțiile modulului Young al compozitelor ideale și reale sunt prezentate în paralel în Figura 32. În această figură, observăm că modulul Young al compozitului real este mai mic decât cel al compozitului ideal pentru ratele de degradare observate. După levigare, diferența dintre modulele Young ale celor două compozite crește, indicând o degradare semnificativă a legăturii reale de pastă de ciment/agregat. Într-adevăr, diferența dintre modulul Young al compozitului ideal și cel al compozitului real provine din flexibilitatea ITZ, precum și din degradarea chimică semnificativă a acestuia. Într-o stare nedegradată, compoziția chimică a ITZ face legătura pastă/agregat mai puțin rigidă în comparație cu pasta datorită concentrației ridicate de

portlandită. Această specie chimică are proprietăți de coeziune inferioare C-S-H care sunt predominante în miezul pastei. Apoi, în starea degradată, după dizolvarea totală a portlanditei, rigiditatea legăturii pastă de ciment / agregat este mai afectată decât cea a pastei de ciment, datorită creșterii semnificative a porozității.

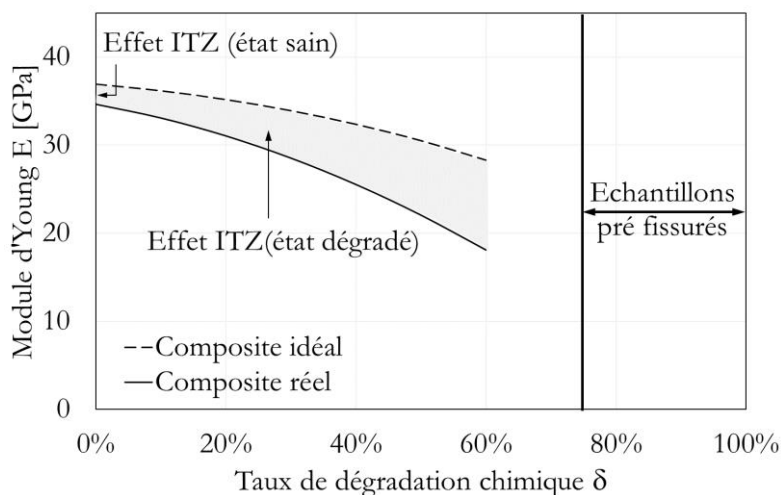


Figura 32 Evoluția modulului lui Young echivalent ideal (contact perfect) și real al compozitului

Ca parte a studiului proprietăților mecanice ale probelor degradate, după modulul Young, ne-am concentrat asupra eforturilor la rupere. În acest sens, evoluția rezistenței la întindere a probelor de pastă și compozite în funcție de rata de degradare chimică este ilustrată în Figura 33.

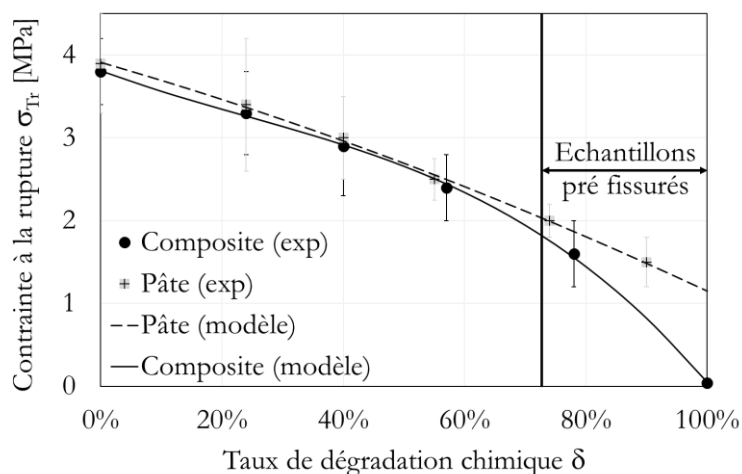


Figura 33 Evoluția efortului unitar la rupere al pastei și al compozitului în funcție de rata de degradare chimică

În această figură, evoluția tensiunilor de rupere în funcție de rata de degradare este aproximată prin curbe polinomiale. În cazul probelor de pastă, această evoluție este aproape liniară. Acest tip de evoluție este în concordanță cu cele din alte lucrări din literatura de specialitate care au analizat comportamentul mecanic al materialelor cimentice levigate (pastă, mortar sau beton), dar la scară microscopică. Mai mulți autori (Carde și François, 1997b; Le Bellégo, 2001;

Nguyen, 2005) au găsit o dependență liniară între rezistența mecanică și rata degradării chimice pentru diferite tipuri de teste (compresie și îndoire).

Pe de altă parte, în cazul compozitelor, pot fi delimitate două tendințe. Pentru rate de degradare chimică mai mici de 60%, tensiunile de rupere ale compozitelor sunt aproape egale cu cele ale pastei, deoarece rupura compozitelor are loc preferențial în pastă. Apoi, ruperea compozitelor începe să aibă loc la interfață și efort unitar nominală de întindere scade la aproape zero la o rată de degradare chimică de 100%.

Aceste evoluții diferite ale eforturilor de rupere, observate pentru probele de pastă și compozite în funcție de viteza de degradare chimică sunt influențate de crăparea care apare în timpul încărcării sau înainte de aceasta. În acest sens, influența fisurării asupra comportamentului mecanic al probelor este discutată în paragraful următor.

3.2.2. Observarea fisurării

Observarea fisurării probelor a fost posibilă datorită studiului câmpurilor de deplasare. Pe aceste câmpuri, fisurile, prin efectul deschiderilor lor, apar ca discontinuități locale.

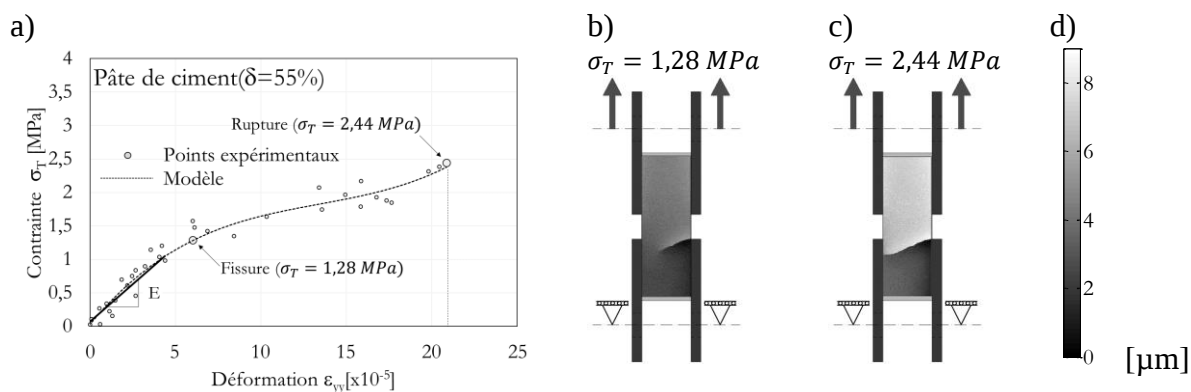


Figura 34 Ilustrarea efectului fisurării asupra curbelor efort/deformație ale pastei

Prin urmare, pentru a putea evalua efectul fisurării asupra proprietăților mecanice ale probelor, curbele de efort unitar / deformație au fost comparate cu câmpurile de deplasare. Figura 34 prezintă o curbă de efort unitar / deformație a unei probe de pastă pentru o rată de degradare $\delta = 56\%$, precum și câmpurile de deplasare după deschiderea fisurii și înainte de rupere. Aceeași figură ilustrează, de asemenea, modul de a obține modulul lui Young din partea liniară a curbei, pre-fisurare.

În această figură, observăm că apariția fisurii pe fața observată are drept consecință înmuierea pantei curbei efort unitar / deformație. Acest fenomen este observat pe unele dintre probele degradate. În restul eșantioanelor, curbele de efort unitar / deformație arată o schimbare a pantei în cealaltă direcție. După partea liniară, panta devine mai abruptă sau chiar schimbă direcția. Pe aceste probe, probabil apare fisuri pe suprafața posterioară, neobservate.

Pentru a oferi o imagine a diferitelor tipuri de fisuri care sunt observate pe probele de pastă, în Figura 35 sunt prezentate trei câmpuri de deplasare în momentul înainte de ruperea celor 3 probe diferite pentru o rată de degradare de 57%.

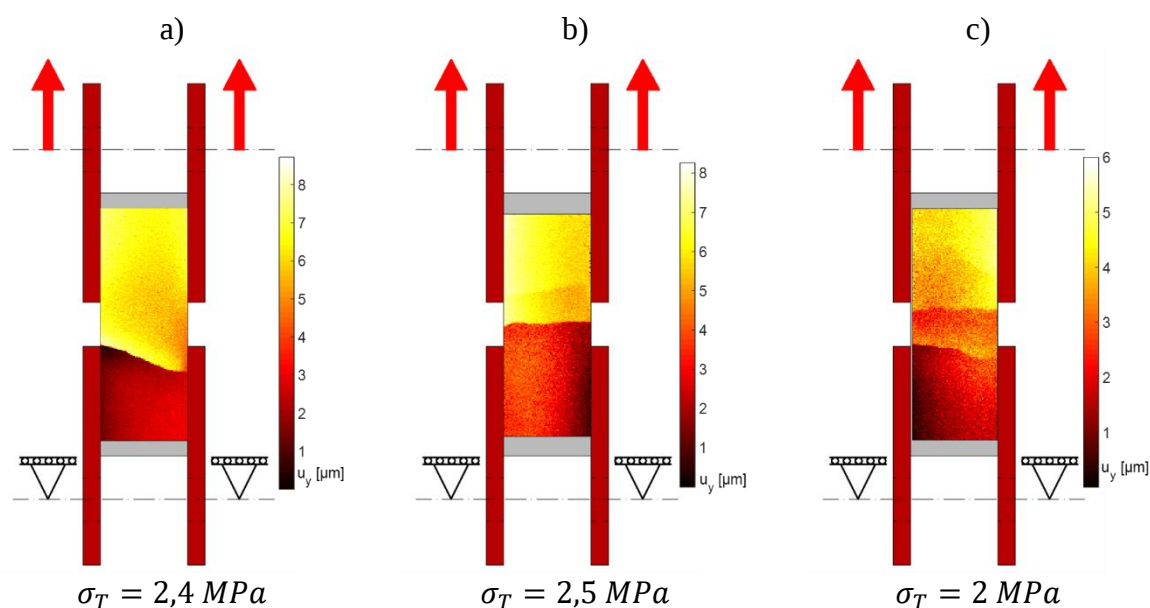


Figura 35 Exemple de câmpuri de deplasare a eșantioanelor fisurate din pastă

În această figură, se observă că locația și forma fisurilor sunt destul de variabile, dar într-o zonă preferențială, cea situată în general între plăcile superioare și cele inferioare. Majoritatea fisurilor apar în apropierea joncțiunilor cu plăcile datorită concentrațiilor de stres care se dezvoltă acolo. În zona de mijloc se observă o cantitate mai mică, dar semnificativă de fisuri. Apariția fisurilor în acest domeniu, probabil, apare ca răspuns la existența unor defecte locale în structura materialului.

Ulterior, luând în considerare faptul că pentru probele de pastă în care fisurile erau vizibile pe fața observată, se poate identifica stresul în momentul deschiderii fisurii, acesta a fost numărat ca stresul la fisurare σ_{Tf} .

Pentru a evalua influența fisurării asupra tensiunii de rupere a pastei, Figura 36 prezintă evoluția tensiunii de rupere și a tensiunii de fisurare în funcție de rata de degradare chimică. Comparând cele două curbe, observăm că stresul la crăpare scade mai rapid și ajunge chiar la zero, pentru rata de degradare pentru care probele devin pre-crăpate înainte de încărcare. Trebuie remarcat faptul că, în ciuda scăderii mai rapide a stresului la fisurare, scăderea stresului la rupere nu accelerează semnificativ și păstrează un aspect aproape liniar.

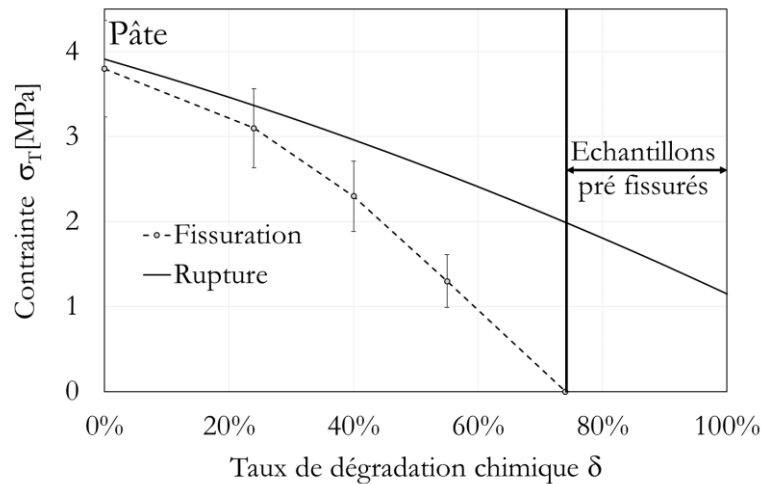


Figura 36 Evoluția efortului unitar la fisurare al pastei

Acest comportament al pastei de ciment este destul de particular, deoarece, în general, în efort unitar, materialele cimentare prezintă o ruptură rapidă după deschiderea fisurilor (Bažant și Cedolin, 1993; Mier și Vliet, 2002; Swaddiwudhipong și colab., 2003; Zhou, 1988). Acest lucru se datorează faptului că după deschiderea fisurilor, secțiunea transversală scade și are loc o redistribuire a tensiunilor. Apoi, încărcarea devine excentrică și fractura finală este accelerată. Cu toate acestea, acest tip de comportament a fost observat pe materiale nedegradate, dar pentru configurații de încărcare similare cu cele utilizate în prezentul studiu.

Cu toate acestea, în cazul nostru, se observă fisuri în partea degradată. Într-adevăr, originea rezistenței reziduale semnificative după deschiderea fisurilor în zona degradată se află în modul de încărcare a acestei zone. În prezentul studiu, configurația testului implică încărcarea paralelă a zonei sănătoase și a zonelor degradate care pot fi modelate de arcuri (Figura 37a). În timpul unei astfel de încărcări paralele, având în vedere o legătură perfectă cu plăcile de încărcare, deformările diferitelor arcuri asociate cu zonele sănătoase și degradate sunt egale. Prin urmare, forța susținută de fiecare arc este proporțională cu rigiditatea sa. În cazul acestui test, fisurile observate se găsesc pe partea filmată, partea care a fost în contact cu soluția agresivă și, prin urmare, zona cea mai degradată chimic. Arcul care corespunde acestei zone suportă o parte redusă a sarcinii totale, deoarece este proporțională cu rigiditatea redusă. Prin urmare, redistribuirea tensiunilor care au apărut în urma fisurării are o magnitudine redusă și nu este suficientă pentru a genera o excentricitate semnificativă a încărcării (Figura 37 b). În afară de aceasta, pasta de ciment degradată CEM I prezintă o deformabilitate mai mare decât pasta nedegradată (Heukamp și colab., 2003), care poate întârzia propagarea fisurii în profunzime. Toate aceste aspecte cumulative pot duce într-adevăr la limitarea fisurilor la o suprafață până la apropierea de ruperea finală. Aceasta explică rezistența semnificativă a probelor după deschiderea fisurii.

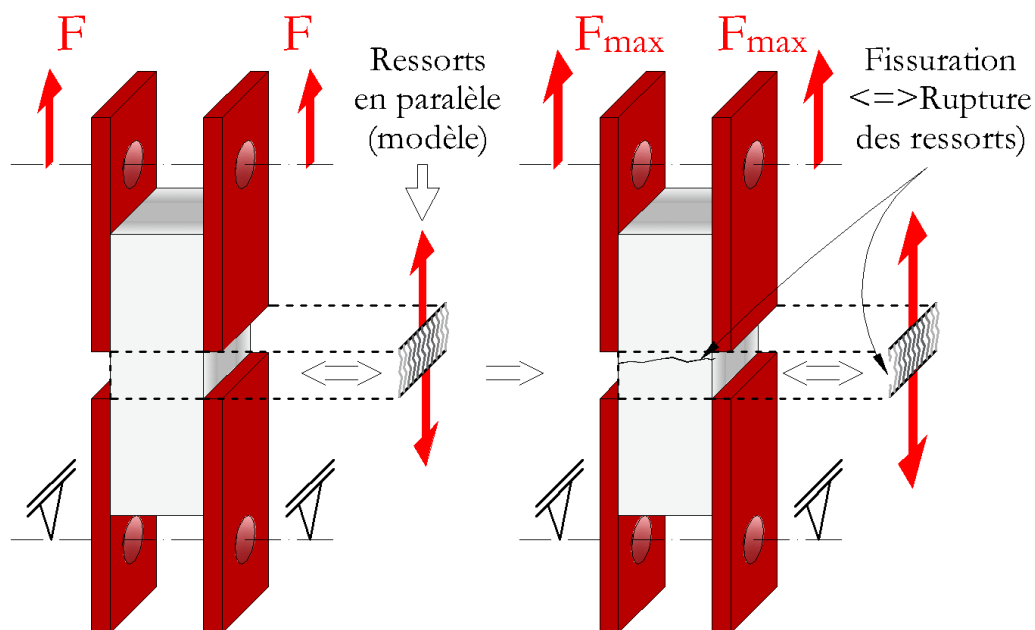


Figura 37 Reprezentare schematică a încărcării și a fisurării eșantioanelor degradate din pastă

După interpretarea influenței fisurării asupra comportamentului probelor de pastă în timpul testării la întindere, același tip de discuție va fi condus pentru compozite. În cazul compozitelor, noțiunea de stres la fisurare este irelevantă pentru a caracteriza legătura pastă / agregat, deoarece fisurile apar nu numai la interfața pastă / agregat, ci și în pastă. Cu toate acestea, un număr semnificativ de eșantioane prezintă fisuri de interfață și acest număr a fost înregistrat. Figura 38 prezintă un câmp de deplasare a unei probe compozite crăpate la interfață înainte de rupere. Spre deosebire de fisurile din pasta de ciment, fisurile interfeței apar pe lățimea interfeței și deschiderea lor crește până la rupere.

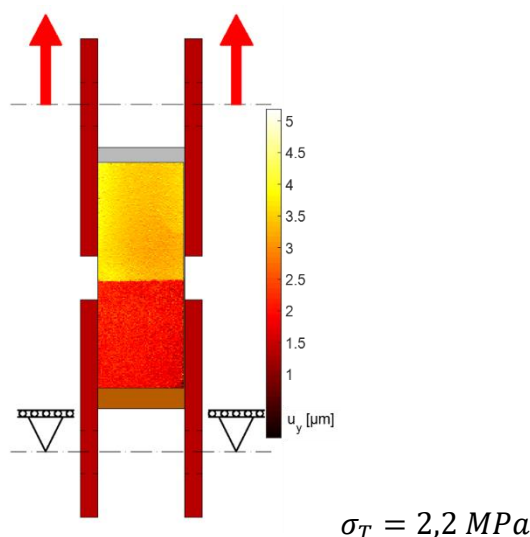


Figura 38 Câmp de deplasări verticale ale unui eșantion compozit fisurat la interfață

Pentru probele compozite, s-a numărat doar frecvența apariției fisurilor la interfață. Pentru o anumită rată de degradare, frecvența apariției fisurilor la interfața compozitelor a fost considerată egală cu raportul dintre numărul de eșantioane pe care au fost observate fisuri la

interfață și numărul total de probe. Unele mostre care prezintă pauze de interfață nu prezintă fisuri de interfață vizibile pe câmpurile de deplasare înainte de rupere. În cazul acestor probe, probabil fisurarea care precede ruperea are loc pe fața opusă celei filmate. De fapt, este posibil ca frecvența de apariție a fisurării la interfață măsurată în acest mod să fie mai mică decât proporția reală a probelor fisurate la interfață, deoarece fisurile care apar pe fața opusă celei observate nu sunt vizibile. Cu toate acestea, pentru a oferi o imagine de ansamblu destul de calitativă a apariției fisurilor la interfață, Figura 39 prezintă evoluția frecvenței de apariție a fisurilor la interfața probelor compozite în funcție de rata de degradare chimică. În aceeași figură, este prezentată și schimbarea frecvenței apariției pauzelor la interfața compozitelor în funcție de rata degradării chimice.

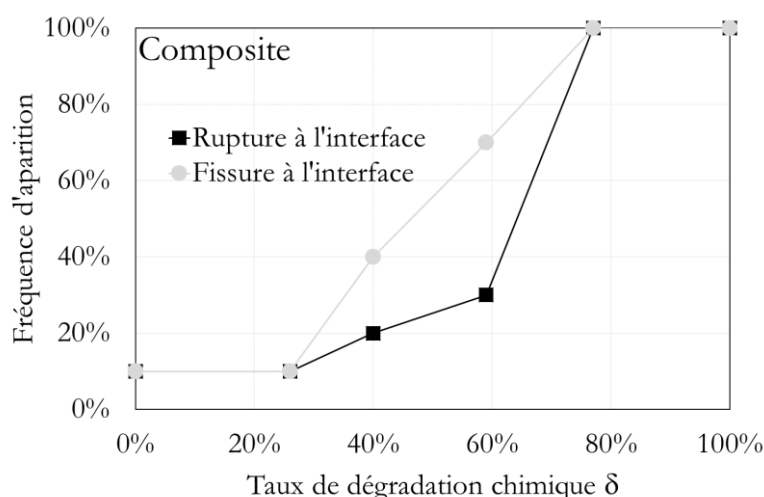


Figura 39 Evoluția procentului de eșantioane compozite ce prezintă rupeți la interfață

În această figură, observăm că pe eșantioane sănătoase și cu o rată de degradare chimică mai mică sau egală cu 24%, rata de apariție a fisurării și rupturii la interfață este limitată la 10%. Apoi, rata de apariție a fisurării și rupturii la interfață crește la 100% pentru o rată de degradare chimică de 76%. Creșterea mai rapidă a ratei de apariție a crăpăturilor se explică prin faptul că unele eșantioane prezintă fisuri la interfață, dar se rup în pastă.

Pentru a evalua comportamentul legăturii de pastă de ciment/agregat supusă levigării, Figura 40 oferă o imagine globală a pierderii de aderență în funcție de rata degradării chimice. În consecință, în această figură, sunt reprezentate mai multe mărimi caracteristice pentru comportamentul mecanic al legăturii pastă/agregat, dar care sunt, de asemenea, legate de cea a pastei. Acesta este raportul dintre modulul Young al compozitului real și cel al compozitului ideal, raportul dintre efort unitara de întindere a compozitului și cea a pastei, precum și frecvența de apariție a rupturii la interfață compozită.

În această figură, observăm că pierderea aderenței este progresivă și se manifestă simultan pe cele trei cantități în cauză.

La început, pentru rate de degradare chimică sub 24%, calitatea aderenței pastelor de ciment / agregat a fost calificată ca fiind „bună”. În acest pas, pierderea modulului lui Young este limitată, iar defalcarea compozitelor are loc în pastă în 90% din cazuri pentru solicitări similare cu cele întâlnite pentru probele din pastă.

Apoi, pentru rate de degradare chimică între 25% și 60%, începe să se simtă o scădere a aderenței dintre pasta de ciment și agregat. Dezintegrarea modulului Young al compozitului real accelerează, în timp ce frecvența apariției pauzelor la interfața compozitelor crește. Cu toate acestea, valorile nominale ale tensiunii la întindere ale compozitelor rămân apropiate de cele ale pastei.

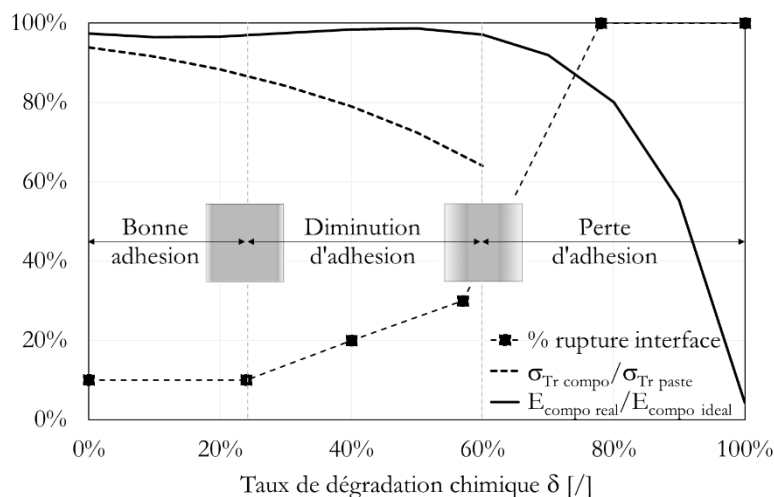


Figura 40 Pierderea aderenței dintre pasta de ciment și agregat în funcție de rata de degradare chimică

În cele din urmă, pentru rate de degradare chimică mai mari de 60%, pre-fisurarea înainte de încărcare este observată la interfața pastă/agregat, în timp ce defalcarea compozitelor are loc la interfața pentru solicitări mai mici decât cele ale pastei. Pierderea de aderență este completă pentru o rată de degradare chimică de 100% atunci când rezistența la întindere a compozitului este minimă.

Ulterior, se poate face o comparație între rezultatele obținute în acest studiu și cele obținute de Jebli (Jebli și colab., 2018) care au desfășurat o campanie de testare pe probe de pastă și compozite la aceeași scară. Diferența dintre acest studiu și cel prezent a fost că Jebli a folosit o formulare specifică betonului obișnuit: CEM II LL 32,5 ciment, raport e/c de 0,5 și agregate de calcar. În cazul studiului său, tensiunile de rupere ale probelor de pastă (2,4 MPa în stare nedegradată) și compozite (1,7 MPa în stare nedegradată) au fost vizibil mai mici comparativ cu cele obținute în prezentul studiu, în timp ce toate compozitele au prezentat pauze de interfață. O altă diferență importantă a fost observată în evoluția proprietăților mecanice. S-a observat o scădere mare a modulului Young și a tensiunii de întindere pentru ratele reduse de degradare chimică, dar această tendință s-a diminuat pentru rate mai mari de degradare chimică. Prin urmare, prin compararea rezultatelor celor două studii, se observă că utilizarea unui ciment cu o clasă de rezistență mai mare și reducerea raportului e/c au avut un efect benefic asupra calității legăturii pastă/agregate supuse levigarea.

3.2.3. Concluzie

Această secțiune a demonstrat natura efectului degradării chimice prin levigare asupra proprietăților mecanice ale pastei de ciment și ale compozitelor de pastă / agregat la scară locală.

Diferențele observate între degradarea chimică a pastei de ciment și cea a ITZ s-au reflectat în comportamentul mecanic al probelor de pastă de ciment și al compozitelor. Degradarea chimică a ITZ a fost mai pronunțată decât cea a miezului pastei de ciment datorită dizolvării puternice chimice a portlanditei care se găsește în exces în ITZ nedegradată. Dizolvarea puternică la nivelul ITZ a dus la o creștere semnificativă a porozității care a generat o ușoară accelerare a cineticii degradării.

În ceea ce privește comportamentul mecanic, levigarea generează o scădere semnificativă a modulului Young și a tensiunii de întindere a compozitelor. Printre altele, aceasta este în principal o consecință a dizolvării chimice semnificative care are loc în ITZ. Scăderea proprietăților mecanice ale compozitului este mai mare decât cea a pastei și culminează cu o pierdere completă a aderenței interfeței în zona degradată.

În plus, a fost arătat efectul benefic al utilizării cimentului cu o clasă de rezistență mai ridicată și scăderea raportului a/c. S-a observat o diferență importantă între comportamentul mecanic al probelor (din pastă și compozite) realizate cu o formulare tipică de beton de înaltă performanță și alta de beton obișnuit.

4. Concluzie generală

În acest studiu, au fost utilizate analize la scară microstructurală și teste mecanice locale pentru a interpreta comportamentul mecanic al pastei și al legăturii pastă/agregat. Strategia adoptată a fost evaluarea efectului ITZ asupra comportamentului mecanic al pastei de ciment și al legăturii pastă/agregată într-o stare nedegradată și degradată, luând pasta de ciment ca referință.

Primul aspect abordat a fost cinetica degradării pastei de ciment și a ITZ, grație măsurării grosimilor degradate prin analiza imaginii pentru mai mulți timpi de degradare. Acest lucru a permis calcularea ratelor de degradare chimică, utilizate ca variabilă caracteristică pentru starea de degradare chimică. Datorită naturii difuzive a propagării degradării chimice, cinetica degradării pastei este proporțională cu rădăcina pătrată a timpului. În schimb, cea a ITZ coincide inițial cu cea a pastei, dar accelerează ușor după un prag critic pentru a atinge o diferență relativă maximă de 10%. Accelerarea cineticii degradării ITZ în raport cu pasta este probabil o consecință a difuzivității crescute generate de porozitatea mare care s-a format ca urmare a dizolvării chimice a portlanditei.

În ceea ce privește testele de întindere, prin intermediul acestora, a fost analizată evoluția comportamentului mecanic al probelor în funcție de rata degradării chimice. Această rată de degradare chimică este raportul dintre aria zonei degradate și aria totală a secțiunii transversale. În ceea ce privește rigiditatea, influența ITZ s-a concretizat prin relaxarea legăturii pastă / agregat care devine mai pronunțată în urma degradării chimice. Acest aspect este dezvăluit de evoluția modulului Young al compozitului în funcție de rata de degradare chimică, care suferă o scădere mai mare decât cea a pastei din cauza dizolvării semnificative în ITZ. În ceea ce privește tensiunile de rupere, s-a observat că cele ale compozitelor scad mai rapid în funcție de rata degradării chimice decât cele ale pastei. Pentru probele de pastă, evoluția stresului de întindere arată o dependență aproape liniară de rata degradării chimice, care este probabil favorizată de crăparea superficială. În schimb, pentru eșantioanele compozite, stresul mediu de rupere este aproximativ de cel al pastei până la o anumită rată de degradare critică. Această rată de degradare chimică critică corespunde cu apariția pre-fisurării și locația pauzelor la interfața pastă / agregat. După această rată de degradare critică, pierderea tensiunii de întindere în compozite accelerează mai mult decât cea a pastei, posibil datorită unei adâncimi mai mari de fisurare. În cele din urmă, pierderea aderenței pastei / agregatului este completă atunci când ITZ este complet degradată.

Prin urmare, principala concluzie se referă la mecanismul prin care zona de tranziție ITZ influențează comportamentul interfeței degradate pastă/agregat după levigare. În primul rând, o accelerare a cineticii degradării ITZ în raport cu pasta are loc datorită creșterii mari a porozității generate de dizolvarea portlanditei. Cu toate acestea, diferența relativă rămâne mică. În contrast, degradarea chimică mai pronunțată a ITZ are ca rezultat o scădere mult mai mare a proprietăților mecanice ale legăturii pastă/agregată în comparație cu pasta.

5. Bibliografie

- 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/S0008-8846\(03\)00024-3](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00024-3)
- Hild, F., 2004. Mesure de champs de déplacement par corrélation d'images et applications en mécanique des solides.
- Jebli, M., 2016. Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques de l'interphase pâte de ciment-granulat et application à la lixiviation. Université de Montpellier.
- Jebli, M., Jamin, F., 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/mac.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.

