**UTCB** 

# Efectul levigării asupra proprietăților mecanice ale pastei de ciment și a compozitelor pastă de ciment/agregat

L'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et des composite pâte de ciment/granulat

Andrei Gîrboveanu 19/10/2019

# Table des matières

1.		Intro	duct	ion	. 2
2.		Mate	ériau	x et protocoles	. 2
	2.2	1.	Cime	ent – Granulats	. 2
	2.2	2.	Fabr	ication des échantillons à l'échelle locale	. 3
	2.3	3.	Lixiv	iation accélérées	. 7
	2.4	4.	Tract	tion	11
		2.4.1	L.	Mise en forme du dispositif d'essai	13
3.		Influ	ence	de la lixiviation sur les propriétés mécaniques du béton à l'échelle locale	19
	3.2	1.	Evol	ution du taux de dégradation chimique dans le temps	20
	3.2	2.	Evol	ution des propriétés mécaniques en fonction du taux de dégradation chimique	21
		3.2.1	L.	Module d'élasticité	24
		3.2.2	2.	Fissuration	27
		3.2.3	3.	Rupture	30
	3.3	3.	Evol	ution de la dégradation chimique et de la perte mécanique en fonction du temps	35
4.		Cond	clusio	n	38
5.		Bibli	ogran	phie	40

# 1. Introduction

Dans cette étude, une évaluation de l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques des composites pâte de ciment / granulat et de la pâte de ciment. Afin d'y arriver, des analyses à l'échelle de la microstructure et des essais mécaniques à l'échelle locale seront réalisés. Les analyses à l'échelle de la microstructure comprennent des mesures de la cinétique de dégradation de l'ITZ et de la pâte. Les essais mécaniques réalisés sont de traction directe, cisaillement directe et cisaillement sur des échantillons en forme complexe sur des échantillons en pâte de ciment et des composites pâte de ciment-granulat.

Les essais de traction sur des échantillons dégradés sont réalisés afin d'étudier l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la pâte et de l'interface. L'évolution de la contrainte à la rupture et de la rigidité seront analysées en fonction du taux de dégradation chimique et du temps de dégradation. Ainsi, l'apparition de la fissuration suite à la dégradation chimique sera analysée.

Des relations simplifiées seront utilisées afin de définir l'évolution du taux de dégradation chimique en fonction du temps et l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de dégradation chimique. L'utilisation de ce type de relations a été déjà évoquée dans la littérature et servira à évaluer la nature de la perte des propriétés mécaniques.

# 2. Matériaux et protocoles

# 2.1. Ciment – Granulats

Dans l'industrie, le choix de la formulation des bétons comprend le dosage des constituants afin de répondre à des exigences de résistance mécanique et de la durabilité. La formulation influe directement sur la qualité du lien pâte de ciment/granulat. Il a été montré dans le chapitre précèdent que les paramètres qui déterminent le comportement physico chimique de l'ITZ sont le type ciment et les adjuvants, le rapport eau/ciment et le type de granulat. Par exemple, dans le cas des bétons ANDRA qui ont été utilisés pour l'étude de la lixiviation (Camps, 2008), les ciments utilisés sont à base de CEM I ou CEM V avec fumée de silice avec des rapports eau/ciment inférieurs ou égaux à 0,43 et des granulats calcaires.

Par conséquent, les bétons soumis à la lixiviation sont censés garantir une résistance mécanique suffisante dans des conditions environnementales agressives grâce à des formulations adaptées. Le rapport e/c influe directement sur la porosité du béton à l'état hydraté. La baisse du rapport e/c diminue la porosité, ce qui engendre une augmentation de la résistance ainsi que de la raideur du béton, et affecte également la cinétique de dégradation. Dans un milieu moins poreux, le coefficient de diffusion sera réduit et la cinétique de dégradation sera ralentie. Le rajout de pouzzolanes permet la consommation de la portlandite pour produire des C-S-H. Ainsi, ce rajout contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques par l'augmentation de la quantité d'espèces chimiques cohésives (C-S-H) et diminue la vulnérabilité à l'attaque chimique par la disparition de la portlandite. Les rajouts des pouzzolanes sont compatibles avec la baisse de rapport e/c pour donner naissance à des bétons de très haute performance qui ont des résistances à la compression bien supérieures à 100 MPa. Le choix des granulats calcaires est préférable aux granulats siliceux car les réactions chimiques entre le calcaire et la pâte de ciment qui se produisent au cours de l'hydratation, améliorent le lien entre ces deux constituants ce qui contribue à l'amélioration de la résistance du béton.

Dans le cas de la présente étude, le choix des matériaux vise à se rapprocher des formulations des bétons réels soumis à la lixiviation et de donner une perspective pour les études prochaines. Il s'agit donc de choisir un matériau simple qui pourrait servir comme référence pour la suite. C'est pour cela que l'on a choisi d'éviter un surdosage en eau afin d'acquérir des propriétés mécaniques importantes

et d'éviter l'utilisation d'adjuvants ou de composants secondaires comme les pouzzolanes. Par conséquent, le choix des matériaux utilisés s'est porté sur une pâte de ciment CEM I préparée avec un rapport e/c de 0,4 et des granulats calcaires.

# 2.2. Fabrication des échantillons à l'échelle locale

Dans cette partie, nous présentons la méthodologie expérimentale mise en œuvre pour fabriquer, conditionner et conserver les éprouvettes à l'échelle locale. Les échantillons fabriqués pour les analyses de la microstructure ainsi que pour les essais mécaniques de traction et de cisaillement sont des parallélépipèdes en pâte de ciment et des composites pâte de ciment-granulats (Figure 1) (Jebli, 2016). Les dimensions totales des échantillons sont 10x10x30 mm³. L'échantillon composite est composé d'une moitié granulat (10x10x15 mm³) et d'une moitié pâte de ciment (10x10x15 mm³) (Figure 1).

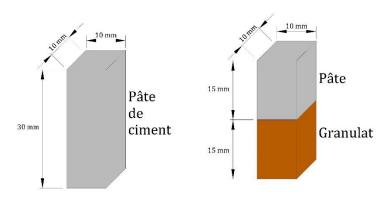


Figure 1 Échantillons utilisés pour l'étude des propriétés chimiques et mécaniques du béton à l'échelle locale

Un de défis lors de la fabrication des échantillons est d'assurer une bonne répétabilité dimensionnelle et de minimiser l'impact de la procédure de fabrication sur les propriétés du matériau.

# • Préparation des granulats

Les granulats calcaires ont été obtenus à partir des roches massives issues d'une carrière de Villeneuve les Maguelone (Hérault, France), avant de subir différentes transformations pour obtenir une forme parallélépipédique de dimensions 10x10x15mm3. L'étape préliminaire consiste à débiter au sein des blocs rocheux des plaques à faces parallèles de  $17 \pm 2$  mm d'épaisseur et des barreaux de  $12 \pm 2$  mm de largeur. Ensuite, les dimensions des granulats ont été ajustées aux dimensions voulues grâce à une tronçonneuse de précision de type Struers Secotom-15  $\bigcirc$  Cette tronçonneuse possède une meule rotative fixe et une table coulissante qui avance vers elle avec une vitesse de 0,5 mm/s. Afin d'atteindre les dimensions voulues pour les granulats, un porte-échantillon spécifique a été conçu. Ce dernier à la fonction de permettre des coupes suivant un angle droit et de régler les dimensions des échantillons. La première étape consiste à usiner trois faces de manière à avoir un angle trièdre droit entre trois faces de l'échantillon. La seconde étape consiste à ajuster les dimensions du granulat par rapport aux trois faces de référence. Les granulats ont ensuite été mesurés et calibrés avant la préparation des échantillons. Les granulats présentant des défauts ou des déformations ont été rejetés. Le résultat final est un granulat avec les faces perpendiculaires et une tolérance géométrique de  $\pm$  0,1 mm (Figure 2).

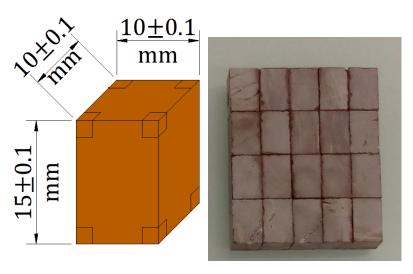


Figure 2 Granulat à la forme finale avec les dimensions et la précision

Les indicateurs statistiques des dimensions des échantillons obtenus sur un lot de 16 individus sont présentés dans le Tableau 1.

Tableau 1 Précision dimensionnelle obtenue pour les granulats

	Granulat			
	Épaisseur	Aire section		
Moyenne	10,1 mm	101,6 mm²		
Écart type	0,98%	1,67%		

Fabrication des échantillons de pâte de ciment et des composites

Une étape très importante de ce travail a été de proposer le protocole de fabrication des échantillons à l'échelle locale. Les composites souhaités sont composés d'un granulat et de la pâte de ciment. Afin d'atteindre les objectifs dans la cadre de la présente étude, plusieurs exigences ont été définies afin de permettre le choix d'utilisation de moules spécifiques :

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

Plusieurs procédés de fabrication des échantillons ont été testés afin de réussir la fabrication des composites. La première possibilité étudiée a été un moule rigide en aluminium formé par deux demimoules en L. Les demi-moules étaient solidarisés puis fermés par du scotch afin de rendre l'échantillon étanche (Figure 3).



Figure 3 Moules en aluminium

Ce protocole de fabrication a donné une bonne répétabilité dimensionnelle des échantillons (Tableau 2) avec un démoulage facile sans endommager l'échantillon. L'étanchéité et la planéité des surfaces était satisfaisante mais dépendait de la qualité du collage au scotch. Néanmoins, ces moules présentent les problèmes suivants :

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

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

Tableau 2 Précision dimensionnelle pour les échantillons en pâte fabriqués dans des moules en aluminium

	Pâte				
	Epaisseur	Aire section			
Moyenne	10,2 mm	101,6 mm²			
Ecart type	1,17%	2,04%			

Cette matière a été utilisée par d'autres expérimentateurs (Öztekin, Pul, & Hüsem, 2016) pour fabriquer des moules pour des échantillons en béton car le silicone présente l'avantage d'une réalisation rapide pour des géométries qui ne sont pas normalisées. Les moules souples en silicone ont été réalisé par le coulage et la polymérisation du silicone liquide autour de contre-moules avec les dimensions souhaitées (Figure 4).

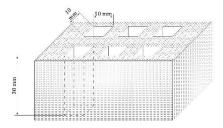




Figure 4 Moules en silicone

On a pu ainsi réaliser des moules permettant la réalisation de plusieurs échantillons dans une coulée et ne nécessitant pas une préparation laborieuse. La réponse de ces moules aux critères énoncés auparavant était très bonne. Outre la répétabilité dimensionnelle (Tableau 3), ces moules sont étanches et possèdent des parois non adhérentes.

Tableau 3 Précision dimensionnelle des échantillons en pâte de ciment coulés dans des moules en silicone

	Pâte			
	Epaisseur	Aire section		
Moyenne	9,9 mm	97,4 mm²		
Ecart type	1,31%	2,18%		

Deux types de moules en silicone ont été fabriqués avec des orientations de coulage différentes : moules verticaux et moules horizontaux (Figure 5). La majorité des échantillons a été fabriquée dans des moules verticaux. Une autre partie des échantillons a été réalisée dans des moules horizontaux afin d'étudier l'effet du sens coulage sur le comportement mécanique de l'interface (Figure 5).

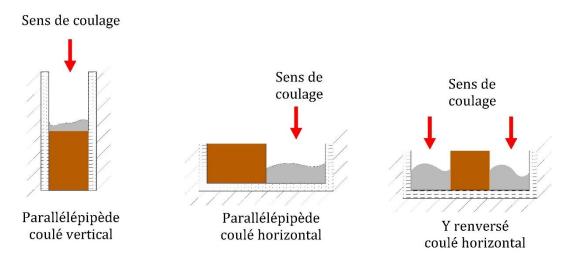


Figure 5 Différentes modalités de coulage employées

Après la fabrication, les éprouvettes ont été conservées dans le moule pendant 24h à HR=100%. Ensuite, elles ont été conservées dans un bac d'eau saturée en chaux après démoulage (Figure 6). Ce mode de conservation permet d'assurer une hydratation optimale du matériau afin qu'il atteigne les propriétés requises, et d'éviter toute fissuration due à la dessiccation. Puis, une partie des échantillons a été prélevée pour tester les propriétés du matériau sain à quarante jours d'hydratation. L'autre partie a été soumise à la lixiviation pour étudier des propriétés du matériau dégradé.



Figure 6 Echantillons pendant la période d'hydratation conservés dans un bain d'eau saturée en chaux

### 2.3. Lixiviation accélérées

La lixiviation du béton est un processus très long par rapport aux durées des études en laboratoire. Il a été montré que, pour atteindre une épaisseur dégradée de 4 cm d'un échantillon macroscopique dans de l'eau, il faut attendre 300 ans (Adenot, 1992). Il est alors nécessaire, pour des expérimentations au laboratoire, de recourir à des techniques permettant d'accélérer ce phénomène. Parmi les méthodes utilisées dans la littérature pour accélérer la dégradation chimique sont :

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

Le principe de la méthode par l'application d'un champ électrique aux bornes de l'éprouvette consiste à diriger les ions Calcium de l'anode vers la cathode (Figure 7) par l'application d'une différence de potentiel aux bornes d'une éprouvette. Ainsi, des concentrations très élevées en Calcium sont obtenues près de la cathode pendant que, au niveau de l'anode, le calcium est épuisé. Cette méthode permet d'accélérer la lixiviation de 50 à 500 fois plus rapidement que dans l'eau pure (Bruno Gerard, Pijaudier-Cabot, & Laborderie, 1998; Le Bellégo, Gérard, & Pijaudier-Cabot, 2000; Saito, Nakane, Ikari, & Fujiwara, 1992). En revanche, le profil de la concentration en calcium n'est pas similaire au cas de la dégradation dans l'eau et la vitesse de dégradation est proportionnelle au temps ce qui ne rend pas compte du phénomène diffusif de la dégradation.

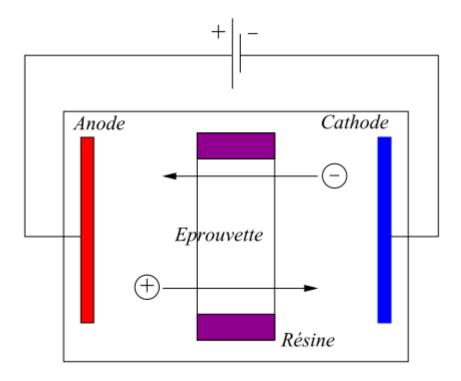
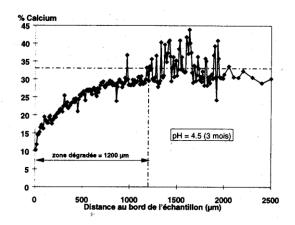


Figure 7 Schéma de la méthode de dégradation par application d'un champ électrique (V. Nguyen, 2005)

L'utilisation de solutions à pH acide par rapport au pH du béton (Revertegat, Richet, & Gégout, 1992) ou par échauffement de la solution de dégradation (Kamali, Gérard, & Moranville, 2003) ont comme effet l'accélération de la lixiviation, en obtenant des cinétiques de dégradations proportionnelles à la racine carrée du temps similaire au scénario de base (Revertegat et al., 1992). Cependant, ces méthodes permettent d'accélérer la lixiviation jusqu'à 10 fois plus rapidement que dans l'eau pure ce qui reste relativement long pour atteindre le processus de dégradation complète.

La méthode de dégradation par nitrate d'ammonium permet d'accélérer la dégradation par à une forte solubilité et une forte réactivité avec les hydrates de cette solution (Lea, 2012). Suite à la diffusion, le nitrate d'ammonium en milieu basique se dissocie entraînant la portlandite en réaction. La différence par rapport au scénario naturel est que la dissolution de la portlandite commence pour des concentrations en calcium dans la solution interstitielle plus élevées, donc plus rapidement. Ainsi, la dissolution de la portlandite est facilitée et l'échange de matière avec l'environnement est accélérée du fait du fort gradient de concentration en calcium entre la solution interstitielle et l'extérieure (V. Nguyen, 2005). La dégradation dans une solution de nitrate d'ammonium présente une cinétique proportionnelle à la racine carrée du temps, propre aux phénomènes diffusifs. Cette méthode permet d'atteindre des vitesses de dégradation de la lixiviation de 100 à 300 fois plus grande que dans l'eau pure. Un autre avantage de cette méthode est l'allure similaire du profil de dégradation en calcium dans la zone dégradée avec la dégradation naturelle (Figure 8) (Carde, 1996).



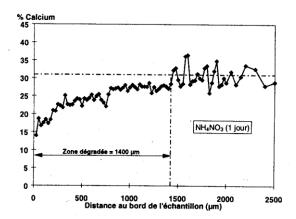


Figure 8 Profils de concentration en Calcium dans la zone dégradée par eau déminéralisée (a) et nitrate d'ammonium (b) (Carde, 1996)

Le choix de la méthode de dégradation est intimement lié au temps de dégradation acceptable dans le cadre de notre étude et au degré de similitude avec le scénario de la dégradation dans l'eau. La méthode choisie pour la dégradation de l'échantillon est le nitrate d'ammonium. Cette méthode a été choisie grâce à sa grande vitesse de dégradation chimique et à la similitude entre le scénario de dégradation ainsi développé et le scénario de dégradation réel. Même si à l'échelle locale les temps de dégradation sont plus courtes, une accéleration importante conviendrait grâce à la limitation des temps d'analyses et à la possibilité de réaliser plusieurs séries d'essais.

La concentration de la solution de nitrate d'ammonium choisie est similaire à celle utilisée par les autres auteurs (Carde, François, & Torrenti, 1996; Le Bellégo, 2001; V. Nguyen, 2005) : 6 moles / litre ce qui correspond à 480 grammes de nitrate d'ammonium pour 1 litre d'eau. Il a été démontré que tant que le pH de la solution agressive reste inférieur à 9,25 (F.H Heukamp, Ulm, & Germaine, 2002), la solution garde son pouvoir de dégradation et la cinétique de dégradation reste intacte. Dans cette condition, une relation existe dans la littérature pour déterminer le volume de solution nécessaire pour éviter le renouvellement (Le Bellégo, 2001):

$$V_s = 0.048C\gamma V_d$$

où  $V_{s}$  est le volume de solution agressive à calculer, C (gramme/litre) est la teneur en ciment du mélange,  $\gamma$  (%) est le pourcentage d'oxyde de calcium dans le ciment et  $V_{d}$  (litre) est le volume du matériau soumis à la dégradation.

Avant de plonger les échantillons dans la solution agressive, quatre faces ont été isolées de manière à laisser seulement deux faces longitudinales opposées en contact avec la solution agressive (Figure 9). Le matériau utilisé pour isoler les quatre faces est un scotch étanche qui s'est avéré capable d'assurer une isolation satisfaisante.

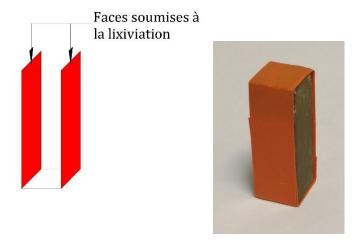


Figure 9 Configuration de la dégradation chimique

Les échantillons ont été ainsi soumis à une dégradation unidirectionnelle (Figure 10). La dégradation chimique unidirectionnelle a l'avantage d'assurer une uniformité des épaisseurs dégradées en évitant les effets d'interactions chimiques ou mécaniques qu'une dégradation bidirectionnelle pourrait induire.

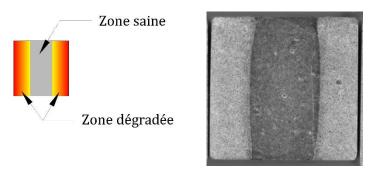


Figure 10 Section transversale d'un échantillon dégradé

Les échantillons ont été soumis à la dégradation de manière individuelle. Chaque échantillon a été placé dans un récipient avec la même quantité de solution agressive qui était suffisante pour éviter le renouvellement (Figure 11). Cette méthode de dégradation individuelle assure un conditionnement uniforme de tous les échantillons, en l'absence d'une agitation mécanique comme utilisée dans d'autre études (Le Bellégo, 2001; V. Nguyen, 2005).

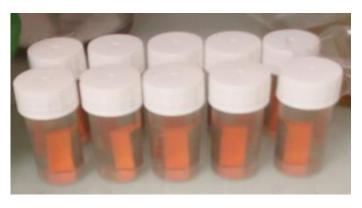


Figure 11 Méthode de dégradation individuelle

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

### 2.4. Traction

Le dispositif expérimental mis en place comprend la machine de chargement, le bâti destiné à appliquer la sollicitation mécanique et une caméra haute résolution pour la mesure des déplacements de l'échantillon.

La machine de chargement est une presse de traction / compression qui permet la mesure de la force appliquée. Elle est formée d'un cadre rigide et d'une traverse mobile qui exerce la charge. La force est mesurée à l'aide d'un capteur avec une capacité de 5kN. Le système permet la mesure des déplacements de la traverse. Dans notre cas, , la mesure du déplacement de la traverse n'indique pas de manière fiable le déplacement de l'échantillon.

L'application de la charge sur les éprouvettes se fait par l'intermédiaire de plaques métalliques collées sur les faces latérales des échantillons (Figure 12).

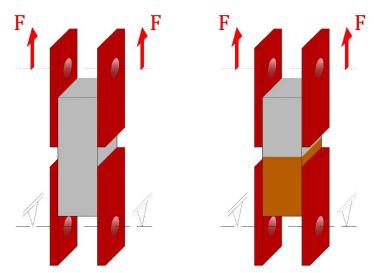
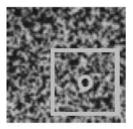


Figure 12 Schéma statique de l'essai de traction directe sur des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment / granulat

La corrélation d'image numérique (CIN) a été employée pour la mesure des déplacements et des déformations des échantillons. Cette méthode est basée sur l'analyse de l'évolution spatiale et temporelle d'un signal aléatoire discret bidimensionnel correspondant à la distribution de l'intensité lumineuse sur la surface de l'échantillon. L'image numérique est représentée par une matrice de pixels où la valeur de chaque élément est égale au niveau de gris du pixel. Dans le logiciel Trait Cine Nrj utilisée pour la CIN, les déplacements ponctuels sont calculés sur des images succéssives pour chaque point d'un maillage définie sur la position initiale de référence à l'instant initial (Figure 13) (Wattrisse, Chrysochoos, Muracciole, & Némoz-Gaillard, 2001). Ensuite, les déformations ponctuelles sont obtenues par dérivation des champs de déplacement.



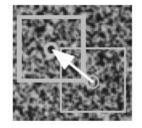


image de référence

image déformée

Figure 13 Principe de la corrélation d'image numérique (Hild, 2004)

La corrélation d'image a été utilisé dans le traitement des essais de traction pour le calcul des déplacements et des déformations de l'échantillon pendant le chargement.

Le choix des paramètres de calcul de la corrélation a été fait afin de réaliser un compromis satisfaisant entre la précision et le temps de calcul. Les déformations totales de l'échantillon sont très petites (moins de  $10\mu m$  d'élongation totale à la rupture). Afin de pouvoir mesurer les déplacements ponctuels une caméra haute résolution a été choisie. Elle permet d'obtenir une résolution de 7.7  $\mu m$ /pixel qui correspond à une taille d'image  $1300 \times 3900$  pixels de la surface de l'échantillon.

Le calcul des champs de déplacement et déformation a été réalisé sur toute la surface de la face de l'échantillon qui a été filmée (Figure 14). Le calcul des déformations globales pour construire des courbes contrainte / déformation a été réalisé dans la zone centrale de l'échantillon (Figure 14) afin d'éviter les conditions aux limites particulières aux niveaux des plaques. La déformation associée à une force donnée a été calculée en moyennant les déformations ponctuelles dans cette zone. Le pas de maillage choisie pour le calcul de déplacement est de 50 pixels – 350  $\mu$ m.

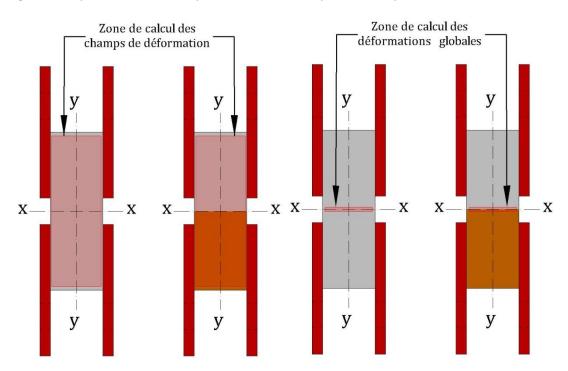


Figure 14 Zone d'intérêt pour la corrélation d'image

Les champs de déplacement ont été étudié notamment pour détecter la fissuration. Les fissures sont visibles sur les champs de déplacement en tant que zones de discontinuité (Figure 15). Sur les échantillons dégradés, une fissuration importante a été remarquée.

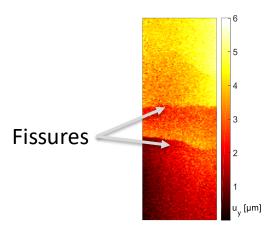
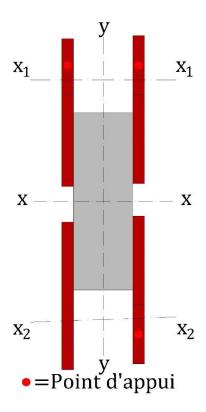


Figure 15 Fissuration d'un échantillon en pâte de ciment

# 2.4.1. Mise en forme du dispositif d'essai

Les essais de traction sur le béton sont reconnus pour une forte dispersion des résultats, notamment en termes de force où contrainte à la rupture. De manière générale, une partie de la dispersion des forces à la rupture enregistrées suite aux essais de traction est liée à la non uniformité du chargement appliqué sur l'échantillon suite à un chargement excentrique (Zhou, 1988). Des concentrations de contrainte se produisent à cause des défauts géométriques.

Dans le cas du dispositif utilisée dans cette étude, il a été mis en évidence que les défauts de parallélisme des axes de chargement qui passent par les trous des plaques de fixation ( $x_1x_1$  et  $x_2x_2$ ) peuvent générer un chargement non uniforme de l'échantillon (Lhonneur et al., 2019). Alors, à cause de l'hyperstaticité du dispositif, une forte excentricité de chargement peut se produire suite au chargement de seulement trois plaques au lieu de quatre (Figure 16); La rupture arrivant plus rapidement par le couplage entre la traction et le moment fléchissant.



La conséquence de cette situation est une quantité importante des essais non représentatifs qui doivent être écartés dans l'analyse des résultats (Lhonneur et al., 2019). Alors, la stratégie adoptée pour diminuer la dispersion des résultats a été de limiter les défauts géométriques et de diminuer le degré d'hyperstaticité du dispositif de chargement.

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

Le premier montage était composé d'une plaque percée et une équerre avec trous oblongs pour positionner l'échantillon. L'espacement des plaques était réglé par l'écartement des axes des trous et le parallélisme dans le plan longitudinal était réglé à l'aide du dossier de l'équerre (Figure 17). Cependant ce montage avait le défaut de laisser les axes de positionnement en porte à faux. La dissymétrie de dispositif n'a pas permis une diminution satisfaisante des défauts géométriques.

Le deuxième montage de collage était composé de deux demi-boîtes rigides et guidés (Erreur ! Source du renvoi introuvable.). Les deux axes dans la partie inférieure du montage étaient destinés à permettre seulement la translation relative des demies boîtes. Les quatre plaques de fixation étaient ensuite positionnées à l'intérieur du bâti avec les deux mors écartés. L'ensemble était ensuite serré par l'intermédiaire de la vis située dans la partie inférieure. Ce montage permettait de régler le parallélisme des plaques et des axes d'application du chargement dans les trois directions de manière symétrique.

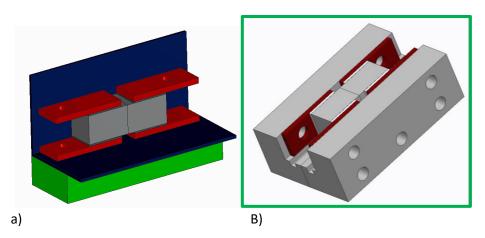


Figure 17 Montage de collage à base d'une équerre a) et à base de deux demie-boîtes guidées b)

La précision géométrique du montage est évaluée au niveau des centres des trous des plaques. Cette précision a été obtenue en réduisant au maximum les jeux entre les axes de positionnement et leurs trous. Elle est exprimée par l'écartement maximale entre une ligne imaginaire qui relie les centres des trous de deux plaques situées de même coté et une ligne horizontale qui passe par le centre du premier axe pris comme référence. La valeur ainsi obtenue est égale à 0,1 mm (Figure 18).

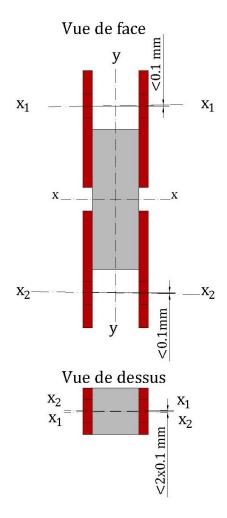


Figure 18 Défauts maximums de parallélisme dus au collage

Une fois que les défauts géométriques ont été amenés à une valeur satisfaisante, on s'est concentré sur le dispositif d'essai. D'une manière générale, le problème était que sur le montage initial avec deux pièces U fixés rigidement dans la machine (Figure 19), l'axe des pièces de chargement ne coïncide pas aux axes des plaques de fixation à cause des imperfections géométriques du collage. Le système était alors statiquement indéterminé et nécessitait la libération d'au moins un degré de liberté pour charger toutes les plaques uniformément.

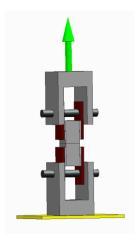


Figure 19 Montage initial utilisé pour l'essai de traction

Donc, il s'agissait de rajouter un mécanisme afin de permettre un chargement centré. Le centrage de la charge lors des essais de traction sur béton à l'échelle macroscopique a été évoqué dans la littérature comme une difficulté majeure (Mier & Vliet, 2002). Plusieurs auteurs ont utilisé des différents systèmes qu'on va citer de brièvement. Un montage avec deux poulies et câbles liées aux plaques de fixation a été utilisée par Peterson (Petersson, 1981) (Figure 20 a). Alhussainy (Alhussainy, Hasan, Rogic, Neaz Sheikh, & Hadi, 2016) a utilisé deux joints universels qui libèrent deux rotations en deux directions orthogonales (Figure 20 b) tandis que des rotules sphériques ont été employées par (Dong, Wu, & Zhou, 2016; Ferro, 1994) (Figure 20 c)

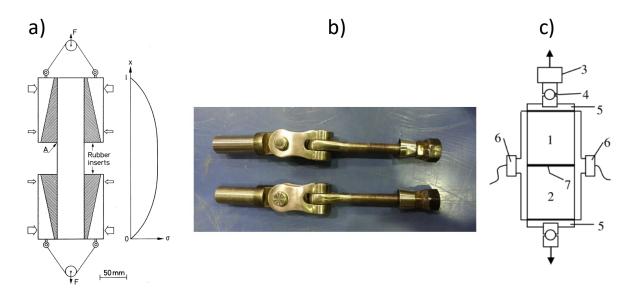


Figure 20 Différents dispositifs utilisés pour résoudre le problème d'excentricité du chargement lors d'un essai de traction sur le béton

La première solution essayée a été représentée par le remplacement d'une pièce en U par une pièce T qui agirait comme une liaison ponctuelle au milieu de l'axe inférieure (Figure 21). Cette mesure était censée de permettre à l'échantillon de se mettre en place librement malgré les défauts géométriques existants. Les forces à la rupture moyennes obtenues avec ces montages était supérieures à celles obtenues avec le montage initial due à une diminution du moment parasite qui apparaissait à cause des excentricités. En revanche, la manque de maîtrise de positionnement a généré l'apparition des dispersions de l'ordre de 30% pour les forces à la rupture qui ont été considérées non satisfaisantes.

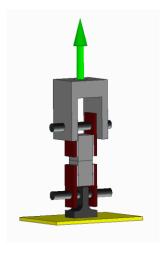


Figure 21 configurations préliminaires qui n'ont pas été retenues

La deuxième configuration essayée est un dispositif de chargement bi articulé dans la partie supérieure et inférieure (Figure 22). Deux pièces U percées ont été rajoutées au montage initial et liées aux pièces U fixes par l'intermédiaire de deux pivots. Ainsi aux deux bouts de l'échantillon, les rotations sont libérées autour de deux axes orthogonales perpendiculaires à la direction de chargement.

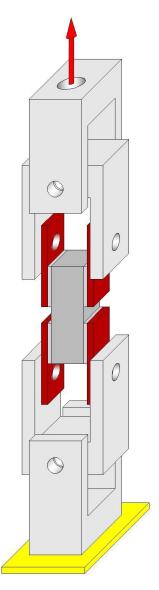


Figure 22 Configuration avec deux pivots retenue pour l'étude

De point de vue géométrique, l'avantage de cette configuration est la possibilité d'obtenir un chargement parallèle à l'axe longitudinale de l'échantillon malgré les défauts géométriques. En effet, le premier pivot permet d'appliquer la charge à toutes les quatre plaques et le deuxième pivot lui permet de s'aligner verticalement vue que les axes des plaques sont alignés dans le plan verticale. En outre, en laissant un jeu supérieur aux défauts géométriques dans le plan transversal entre les axes de chargement et les trous des pièces U, le positionnement de l'échantillon sera libre (Figure 23).

Finalement cette configuration a permis d'améliorer l'uniformité du chargement sur la section transversale de l'échantillon, les concentrations de contraintes dues à l'excentricité d'application de la charge étant fortement réduites. Cette configuration a été retenue pour les essais de traction directe.

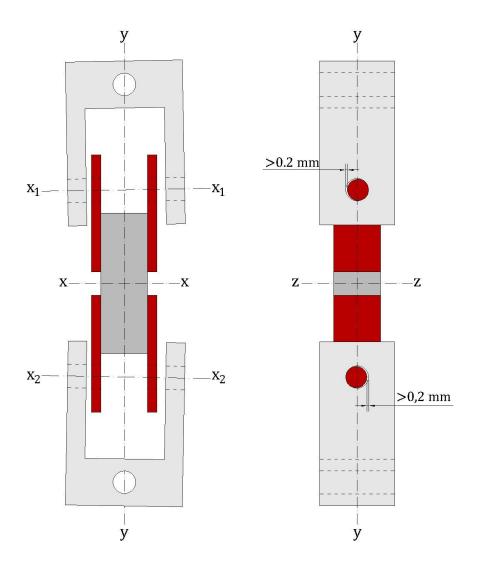


Figure 23 Mise en place de l'échantillon pour le cas des défauts géométriques les plus grands

La distribution statistique des contraintes nominales à la rupture des échantillons en pâte de ciment a été étudié afin d'évaluer l'effet de l'utilisation du montage de collage et du rajout des 2 pivots (Figure 24). Deux configurations ont été comparés : la configuration sans pivot et sans l'utilisation du montage de collage ; et la configuration avec deux pivots et avec le montage de collage. Pour la première configuration, sans pivot et sans montage de collage, un lot de 50 échantillons a été étudié. On remarque une forte dispersion des contraintes nominales à la rupture avec des densités de fréquences importantes répandues entre 1 MPa et 4 MPa. Pour la deuxième configuration avec montage de collage et deux pivots, un lot de 10 échantillons a été étudié. On remarque une distribution statistique monophasique qui converge autour de la moyenne (3,9 MPa). En revanche, sur la configuration sans pivots et sans montage de collage, un pic de fréquence réduit est remarqué autour d'une valeur de 3,6 MPa proche de celui de 3,9 remarqué pour l'autre variante. La différence est que seulement 15% des valeurs sont comprises autour du pic de 3 ,6 MPa alors que pour la configuration avec 2 pivots la totalité des valeurs est située autour de la moyenne de 3,9 MPa. Donc, on peut conclure que l'utilisation du montage de collage et le rajout des pivots a eu comme conséquence une amélioration considérable répétabilité de la contrainte à la rupture de la pâte.

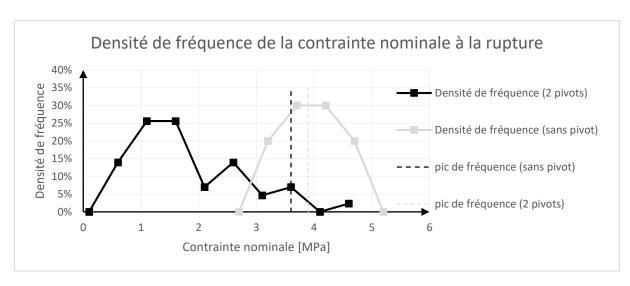


Figure 24 Densité de fréquence de la contrainte nominale à la rupture obtenue avec la configuration avec 2 pivots et avec la configuration sans pivot

L'effet du dispositif d'essai sur l'uniformité de la sollicitation peut être analysé en comparant la distribution des déformations ponctuelles de traction en direction longitudinales sur la section médiane de l'échantillon avant la rupture. La distribution des déformations ponctuelles sur la section médiane des échantillons chargés avec le dispositif à deux pivots est sensiblement plus uniforme que sur celui sans pivots (Figure 25)

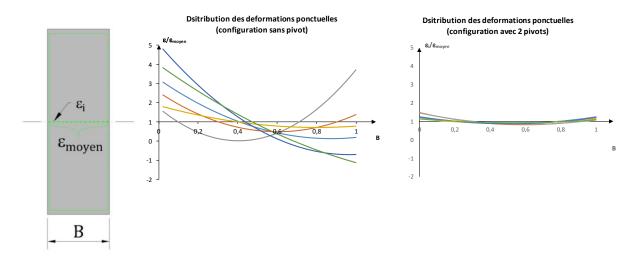


Figure 25 Distribution des déformations ponctuelles sur la médiane d'une face de l'échantillon pour deux configurations différentes

Par conséquent des essais de traction sur des échantillons sains et dégradés en pâte de ciment et composites ont été réalisés avec la configuration bi articulé.

# 3. Influence de la lixiviation sur les propriétés mécaniques du béton à l'échelle locale

Dans cette partie, l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et des composites pâte de ciment / granulat a été étudié à travers des essais de traction. On mentionne que les échantillons composites coulés verticalement ont été employés pour les essais du fait de leur résistance plus grande. Cela a permis d'avoir des durées de dégradation les plus longues possibles avant la perte totale de cohésion de l'interface.

Le type et le nombre d'échantillons essayés est présenté dans le Tableau 4

Tableau 4 Echantillons utilisés pour les essais mécaniques sur des échantillons dégradés

Type d'essai	Type d'échantillon	Nombre d'essais	Nombre d'échantillons analysés
Traction	Pâte	70	50
(parallélèpipède)	Composite (coulé verticalement)	70	50

# 3.1. Evolution du taux de dégradation chimique dans le temps

Afin de faciliter la compréhension du lien entre la dégradation chimique et l'évolution des propriétés mécaniques, la notion de taux de dégradation chimique est définie. Le calcul du taux de dégradation chimique est basé sur le calcul de l'épaisseur dégradée qui ne fait l'objet de ce rapport, étant calculé dans le rapport de recherche précèdent. Par conséquent on présentera par la suite, la modalité de calcul du taux de dégradation chimique de la pâte et de l'interface.

Le taux de dégradation chimique  $\delta$  est le rapport entre la surface dégradée mesurée sur la section transversale et la surface totale de la section transversale :

$$\delta = \frac{2 * e_d * l}{l^2}$$

Où  $e_d$  représente l'épaisseur moyenne dégradée mesurée pour une durée de dégradation donnée ; l représente le coté de la section transversale carrée.

Par conséquent, l'évolution du taux de dégradation chimique en fonction du temps est présenté sur la Figure 26.

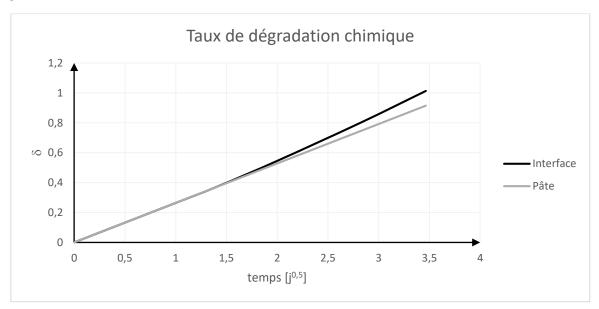


Figure 26 Cinétique de dégradation globale de l'interface

# 3.2. Evolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de dégradation chimique

Dans ce paragraphe, l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques des échantillons a été étudié en termes de chute du module d'élasticité, de la contrainte nominale à la rupture et de la fissuration.

En ce qui concerne la fissuration, pour les échantillons en pâte de ciment un seuil de fissuration en contrainte sera étudié pour chaque pas du temps. Pour les échantillons composites, le pourcentage des échantillons fissurés ou cassés à l'interface sera comptabilisé.

Sur les échantillons dégradés, les observations ont été réalisées sur une face qui a été en contact avec la solution agressive, tandis que les plaques de chargement ont été collées sur une face parallèle à la direction de dégradation. On obtient ainsi un chargement en parallèle de la zone saine et de la zone dégradé (Figure 27).

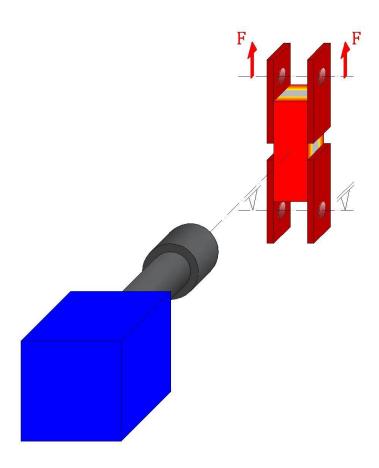


Figure 27 Manière de réaliser l'essai de traction avec corrélation d'image numérique

La Figure 28 montre des courbes contrainte/déformation des échantillons en pâte de ciment en fonction du temps de dégradation

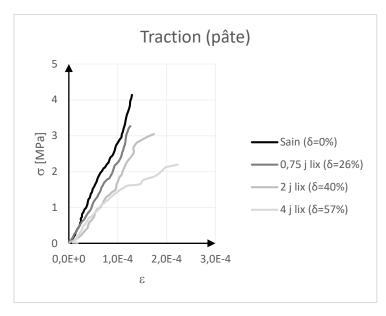


Figure 28 Courbe contrainte déformation d'un échantillon dégradé en pâte de ciment

Sur les courbes contrainte/déformation des échantillons en pâte de ciment obtenues pour des différents temps de dégradation, on peut remarquer une chute de contrainte nominale à la rupture et de module d'élasticité avec le temps de dégradation. Ensuite, on peut remarquer que les échantillons dégradés présentent une portion non linéaire de plus en plus importante avec le temps de dégradation. L'adoucissement de la pente est une conséquence de la fissuration.

La Figure 29 montre les courbes contrainte/déformation des composites pour des différentes durées de dégradation.

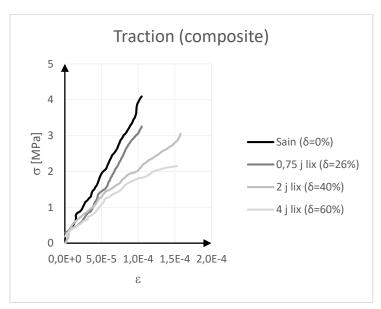


Figure 29 Courbe contrainte déformation d'un échantillon composite

La même tendance que pour les échantillons en pâte de ciment est remarquée sur les échantillons composites. Dans le cas des échantillons composites, les fissures se produisent dans la pâte et/où à l'interface. Pour des taux de dégradation réduits, des fissures apparaissent dans la pâte. Au fur et à mesure que la durée de dégradation augmente, le taux d'apparition de la fissuration à l'interface

augmente. L'effet de la fissuration sur les courbes contrainte/déformation est similaire à celui observé sur les échantillons en pâte : la partie linéaire est suivie d'une partie avec une pente plus douce après l'ouverture de la fissure (Figure 29).

Afin de pouvoir relier la dégradation chimique à la chute des propriétés mécanique la notion de perte mécanique a été définie comme étant :

$$P_m(\delta) = \frac{X_{sain} - X_d(\delta)}{X_{sain}}$$

Où  $P_m(\delta)$  est la perte d'une propriété mécanique associée à un taux de dégradation donné ;  $X_{sain}$  est la valeur de cette propriété (module d'élasticité où contrainte nominale à la rupture) à l'état sain est  $X_d(\delta)$  est la valeur de la propriété mécanique correspondant au taux de dégradation chimique donné.

Une fois les courbes contrainte déformation obtenues, on va s'intéresser à l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de dégradation chimique.

Dans la littérature, l'évolution du module d'élasticité de la contrainte (où force à la rupture) de la pâte de ciment et du béton sous divers types de sollicitation a montré une variation linéaire en fonction du taux de dégradation chimique. Carde (Carde & François, 1997b) a remarqué une évolution linéaire de la résistance à la compression des cylindres en pâte de ciment (de diamètre entre 10 et 40 mm) en fonction du taux de dégradation chimique. Nguyen (V. H. Nguyen, Colina, Torrenti, Boulay, & Nedjar, 2007) a observé une perte linéaire de résistance à la compression et de rigidité des cylindres (de diamètre 110 mm) en compression. Le Béllego (Le Bellégo, 2001) a remarqué une évolution linéaire de la force à la rupture et de la rigidité des poutres en mortier (de sections 40x80, 40x160 et 40x320 mm²) sollicités en flexion. De plus, même si les deux derniers auteurs évoqués ont fait deux types d'essais différentes, ils ont remarqué une équivalence entre la perte de la rigidité et de la contrainte (où force) à la rupture par rapport à l'état sain. D'après les auteurs, cette équivalence s'expliquerait par un coefficient d'endommagent unique de la zone dégradée qui engendrerait des pertes relatives égales des différentes propriétés mécaniques par rapport à l'état sain (B Gerard, Didry, Marchand, Breysse, & Hornain, 1996; Mazars, 1984).

Le point commun des trois études évoqués auparavant (Carde & François, 1997b; Le Bellégo, 2001; V. H. Nguyen et al., 2007) et cette étude est une lixiviation unidirectionnelle des matériaux cimentaires à base de ciment Portland pur (CEM I). Certes, l'échelle, la forme, le type d'essai et la composition du matériau est différent, mais il montre qu'une relation existe entre le taux de dégradation chimique et la perte des propriétés mécaniques des matériaux cimentaires. Par conséquent, dans la présente étude, si les tendances étaient visibles, on a utilisé des relations afin définir l'évolution des propriétés mécaniques de la pâte de ciment et des composites en fonction du taux de dégradation chimique. Les relations ainsi déduites seront utilisées par la suite pour évaluer l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et des granulats.

# 3.2.1. Module d'élasticité

Le Tableau 5 présente les valeurs des modules d'élasticité de la pâte en fonction du taux de dégradation chimique et du temps de dégradation

Tableau 5 Modules d'Young de la pâte

Temps	E (traction)				
dégradation [j]	Moyenne [Gpa]	Coefficient de variation	δ	Perte mécanique	
0	26,7	19%	0%	0	
0,75	24,6	21%	24%	8%	
2	21,9	20%	42%	21%	
4	19,6	22%	57%	38%	
8	-	-	72%	-	
12	-	-	90%	-	

L'évolution du module d'Young de la pâte indique une perte progressive de raideur pour des durées de dégradation jusqu'à 4 jours ce qui correspond à des taux de dégradation chimiques inférieurs ou égales à 57%. Au-delà de 8 jours de dégradation le module d'élasticité n'a plus été mesuré parce que les échantillons étaient fissurés avant le chargement. Cette fissuration initiale s'explique par les contraintes initiales dues au retrait endogène et au retrait de décalcification de la pâte. Pour des durées de dégradation supérieures à 8 jours, la zone extérieure de plus forte dégradation ne résiste plus et est fissurée. Une phénoménologie similaire a été remarquée par (N Burlion, Rougelot, Bernard, & Skoczylas, n.d.; Rougelot, Burlion, Bernard, & Skoczylas, 2010)

La Figure 30 illustre l'évolution du module d'Young de la pâte en fonction du taux de dégradation chimique.

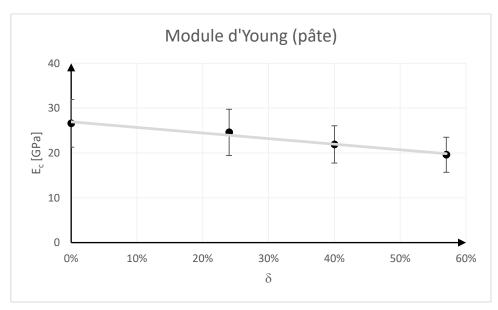


Figure 30 Evolution du module d'Young de la pâte en fonction du taux de dégradation chimique

Dans la figure, on peut remarquer que l'évolution du module d'Young de la pâte  $E_p$  en fonction du taux de dégradation chimique peut être approximée par une droite (Figure 30). Son équation est la suivante :

$$E_p[GPa] = -11,44 * \delta + 26,717$$

Le Tableau 6 montre l'évolution de la contrainte nominale à la rupture des échantillons en pâte de ciment en fonction de temps de dégradation et du taux de dégradation chimique.

Tableau 6 Contraintes nominales à la ruptures des échantillons en pâte

Temps	Contrainte à la rupture (pâte)					
dégradation [j]	Moyenne [Gpa]	Coefficient de variation	δ	Perte mécanique		
0	3,9	14%	0%	0%		
0,75	3,4	20%	24%	13%		
2	3	17%	42%	23%		
4	2,5	10%	57%	38%		
8	2	10%	72%	49%		
12	1,6	15%	90%	59%		

Le Tableau 7 présente l'évolution du module d'Young des composites en fonction du temps de dégradation et du taux de dégradation chimique.

Tableau 7 Evolution du module d'Young du composite

Temps		E (composite)		
dégradation [j]	Moyenne [Gpa]	Coefficient de variation	δ	Perte mécanique
0	34,6	24%	0%	0%
0,75	31	27%	24%	11%
2	25,7	27%	42%	26%
4	18,8	30%	59%	45%
8	-	-	75%	-
12	-	-	100%	-

L'évolution du module d'Young mesuré sur l'échantillon composite est décroissante en fonction du taux de dégradation chimique. Les résultats ont été obtenus pour des taux de dégradation chimiques inférieurs ou égales à 59%. Pour des taux de dégradation chimiques supérieurs les échantillons étaient pré fissurés et le module d'Young n'a pas pu être calculé. Le fait que les échantillons sont pré fissurés est lié à la même problématique qui a été évoqué dans le cas des échantillons en pâte. Cette pré fissuration suite à la seule dégradation chimique mis en évidence par (Nicolas Burlion, Bernard, & Chen, 2006; Rougelot et al., 2010). Les auteurs expliquent le phénomène par les retraits endogènes et de décalcification qui créent un était de contrainte qui dépasse la résistance du lien pâte/granulat. La dispersion des résultats de l'ordre de 25% est plus grande que celle obtenue sur les échantillons en pâte de ciment (Tableau 7). Ce fait peut être attribué probablement à la dispersion des propriétés mécaniques des granulats qui entrent en jeu.

La Figure 31 illustre l'évolution du module d'Young des composites en fonction du taux de dégradation chimique.

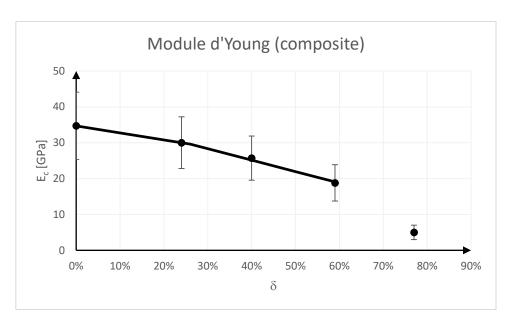


Figure 31 Evolution du module d'Young du composite en fonction du taux de dégradation chimique

L'évolution du module d'Young du composite  $E_c$  en fonction du taux de dégradation chimique est approximée avec une fonction bilinéaire (Figure 31). Le caractère non linéaire de la courbe peut être attribué à un endommagement mécanique progressif qui s'accentué après un taux de dégradation chimique critique. L'équation de la courbe d'approximation est :

$$\begin{cases} si \ \delta < 26\% \rightarrow E_c \ [GPa] = -19.6 * \delta + 34,7 \\ si\delta > 26\% \rightarrow E_c \ [GPa] = -32,1 * \delta + 38 \end{cases}$$

Afin de comparer l'influence de l'ITZ sur la dégradation mécanique du lien pâte de ciment granulat, on a décidé de se rapporter au cas d'une liaison parfaite. Le modèle avec deux ressorts liés en série (pâte et granulat) permet de calculer le module d'élasticité équivalent du composite dans l'hypothèse d'un contact parfait pour chaque niveau de dégradation. Ce module équivalent  $E_{eq}(\delta)$  a été calculé en fonction du taux de dégradation chimique à partir du module de la pâte en fonction pour le même taux de dégradation chimique  $E_p(\delta)$  et du module d'Young du granulat  $E_g$  suivant l'équation:

$$E_{eq}(\delta) = \frac{1}{\frac{1}{E_c(\delta)} + \frac{1}{E_g}}$$

Donc, le module équivalent du composite au contact parfait calculé à partir du module d'élasticité de la pâte et du composite suit une évolution linéaire en fonction du taux de dégradation chimique. En revanche, la courbe expérimentale du module équivalent du composite a une évolution bilinéaire (Figure 36). On remarque que l'écart entre la courbe expérimentale et la courbe théorique afférente au contact parfait croit avec la durée de dégradation. La différence maximale est remarquée pour un taux de dégradation chimique de 59%, le module réel est 58% du module théorique du contact parfait alors qu'à l'état sain le module réel était 92% du module théorique du contact parfait. Ce résultat met en évidence une dégradation plus forte de l'interface par rapport à la pâte. D'une part, cette observation est en accord avec le résultat des analyses chimiques qui ont montré une plus forte dissolution de l'ITZ par rapport à la pâte de ciment. D'une autre part, elle confirme d'autre résultats dans la littérature qui indiquent une plus forte dissolution de l'ITZ par rapport à la pâte de ciment (N Burlion et al., n.d.) et une plus forte chute de rigidité des composite par rapport à la pâte de ciment (Jebli, 2016)

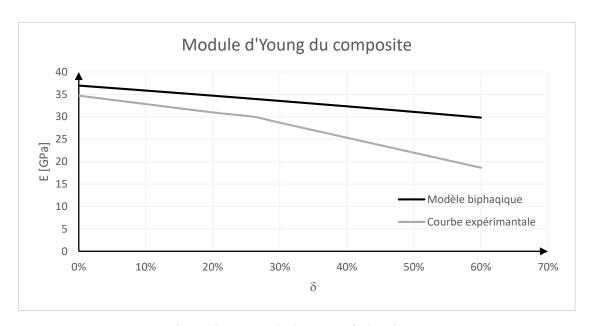


Figure 32 Evolution du module d'Young équivalent idéal (contact parfait) et réel du composite

# 3.2.2. Fissuration

L'analyse des champs de déplacements a permis l'étude de la fissuration des échantillons en pâte et composites. Les échantillons sains présentent très rarement des fissures et si c'est le cas, les fissures apparaissent peu avant la rupture. Sur des échantillons dégradés, l'incidence de la fissuration augmente avec le temps de dégradation.

Pour les échantillons en pâte de ciment, la confrontation des courbes contrainte/déformation avec les champs de déplacement a permis la localisation de la fissuration dans le temps. La Figure 33 présente une courbe contrainte déformation et les champs de déplacement au moment où la courbe change de pente et au moment de la rupture

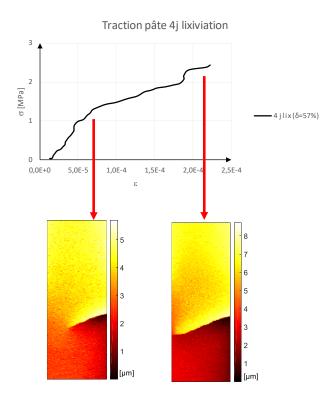


Figure 33 Illustration de l'effet de la fissuration sur les courbes contrainte / déformation de la pâte

Il a été remarqué que le point où la courbe devient non linéaire correspond à l'ouverture d'une fissure. Donc la contrainte enregistrée en début de la partie non-linéaire de la courbe contrainte/déformation a été considéré comme la contrainte à la fissuration. Après son ouverture, la fissure, elle se propage de manière lente jusqu'à la rupture.

La localisation et la forme des fissures est assez aléatoire. Dans la Figure 34, trois exemple de champs de déplacements de 3 échantillons différents avec un taux de dégradation de 57% à l'instant avant la rupture sont présentés.

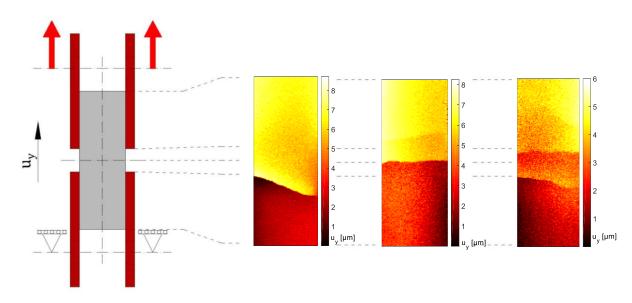


Figure 34 Champs de déplacement des échantillons en pâte de ciment fissurés

La majorité des fissures apparaissent à la jonction avec les plaques, mais une quantité importante de fissures est remarquée aussi dans la section médiane.

Le Tableau 8 présente l'évolution de la contrainte à la fissuration en fonction du temps de dégradation et du taux de dégradation chimique.

		Contrainte	Contrainte nomiale à la fi	ssuration
Temps dégradation (jours)	δ	nominale à la rupture [Mpa]	Moyenne [MPa]	Coefficient de variation
0	0%	3,9	3,8	14%
0,75	24%	3,4	3,1	22%
2	42%	2,9	2,3	19%
4	57%	2,4	1,2	35%
8	72%	2	0	-
12	90%	1,6	0	-

Tableau 8 Contrainte à la fissuration de la pâte de ciment

Les contraintes à la fissuration ont été mesurées pour des taux de dégradation inférieurs ou égales à 57%. Pour les échantillons sains la contrainte à la fissuration est quasi égale à la contrainte à la rupture. La Figure 35 illustre l'évolution de la contrainte à la fissuration en fonction du taux de dégradation chimique.

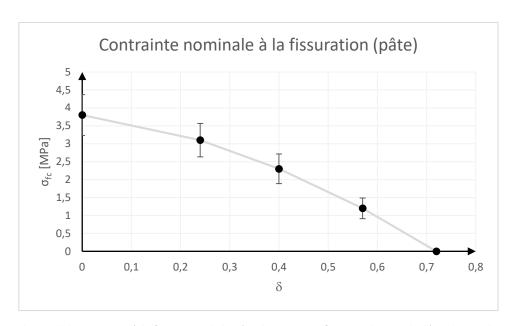


Figure 35 Evolution de la contrainte à la fissuration de la pâte de ciment en fonction du taux de dégradation chimique

On observe que la contrainte à la fissuration a une évolution décroissante en fonction du taux de dégradation chimique. La décroissance n'est plus linéaire mais s'accélère au cours de la dégradation.

Dans le cas des composites, l'apparition de la fissuration au niveau de l'interface a été étudiée de manière statistique. La Figure 36 présente le champ de déplacement d'un échantillon composite fissuré à l'interface avant la rupture.

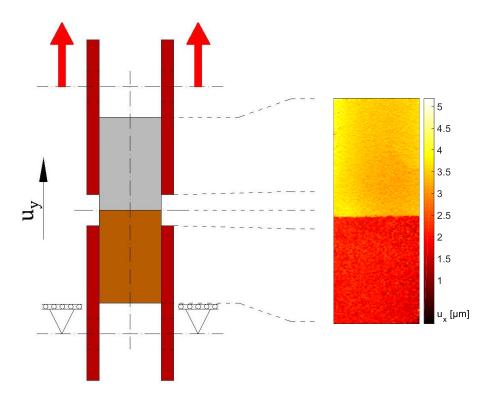


Figure 36 Champs de déplacement d'un échantillon composite fissuré

Tenant compte qu'une partie importante des échantillons composite ne casse et ne fissure pas au niveau de l'interface, l'étude d'un seuil de fissuration de l'interface n'aurait pas de sens. Donc, seulement le nombre d'échantillons fissurés et le nombre d'échantillons cassés à l'interface a été

comptabilisé pour chaque niveau de dégradation. La Figure 37 présente l'évolution du taux d'apparition des fissures et des ruptures à l'interface en fonction du taux de dégradation chimique.

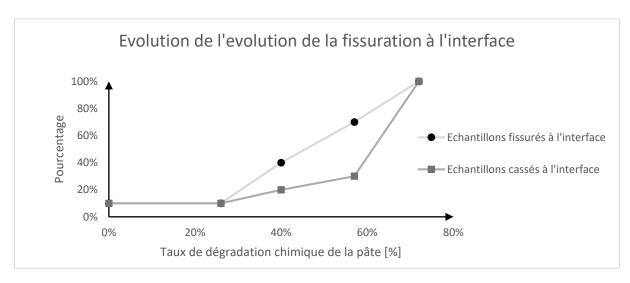


Figure 37 Evolution du pourcentage des échantillons composites fissurés et cassés à l'interface

En analysant l'évolution du taux d'apparition de la fissuration à l'interface, on remarque que sur des échantillons sains et avec un taux de dégradation chimique inférieur à 30% l'occurrence de la fissuration et de la cassure à l'interface est limitée à 10%. Ensuite, le taux d'apparition de la fissuration et de la rupture à l'interface augmente jusqu'à arriver à 100% pour un taux de dégradation chimique de 76% (Figure 37). La croissance plus rapide du taux d'apparition de la fissuration s'explique par le fait qu'une partie des échantillons présentent des fissures à l'interface mais cassent dans la pâte.

Il est intéressant de remarquer une corrélation entre l'évolution du taux d'apparition de la fissuration à l'interface et la cinétique de dégradation. La cinétique de dégradation de l'interface commence à s'accélérer après un taux de dégradation de 40 %. C'est après ce même taux de dégradation que le taux d'apparition de l'interface dépasse 50%. Les deux phénomènes peuvent être liés par une très forte endommagement de l'interface suite à la dégradation chimique. Cet endommagement peut avoir comme conséquence à la fois une pénétration plus rapide de la solution agressive à l'interface et la favorisation de la fissuration de l'interface.

### 3.2.3. Rupture

Le Tableau 9 présente l'évolution de la contrainte nominale à la rupture des composites en fonction du temps de dégradation et du taux de dégradation chimique.

Tableau 9 Evolution	de la contrainte	à la runture	du composite
i abieau 9 Evolution	i de la contrainte	a la l'uptule	au composite

Temps	Contrainte à la rupture (composite)					
dégradation [j]	Moyenne [Gpa]	Coefficient de variation	δ	Perte mécanique		
0	3,8	13%	0%	0%		
0,75	3,3	17%	24%	13%		
2	3	22%	42%	24%		
4	2,4	13%	59%	34%		
8	1,6	18%	75%	58%		
12	0,05	20%	100%	99%		

En ce qui concerne la contrainte à la rupture de la pâte de ciment on remarque toujours une perte progressive qui arrive jusqu'à 59% de la contrainte moyenne à rupture initiale, pour un taux de dégradation de 85%. Les coefficients de variation se situent autour de 15%.

L'évolution de la contrainte nominale à la rupture des échantillons en pâte en fonction du taux de dégradation chimique est illustrée dans la Figure 38.

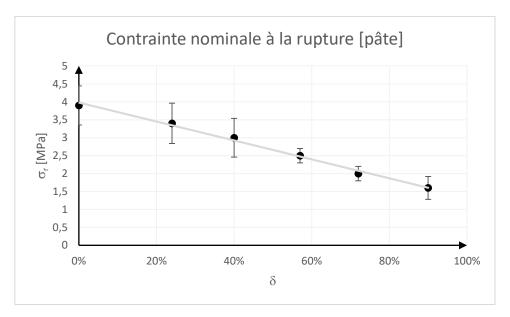


Figure 38 Evolution de la contrainte nominale à la rupture de la pâte en fonction du taux de dégradation chimique

L'évolution de la contrainte nominale à la rupture de la pâte  $\sigma_{rp}$  peut être approximé par une droite (Figure 38). L'équation de la courbe d'approximation décrivant l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de du taux de dégradation est la suivante :

$$\sigma_{rp}[MPa] = -2.58 * \delta + 3.92$$

Par la suite, les évolutions de la contrainte nominale à la fissuration de la pâte de ciment et de la contrainte nominale à la rupture ont été comparées. La Figure 39 présente sur le même graphique l'évolution de la contrainte nominale à la fissuration et à la rupture en fonction du taux de dégradation chimique.

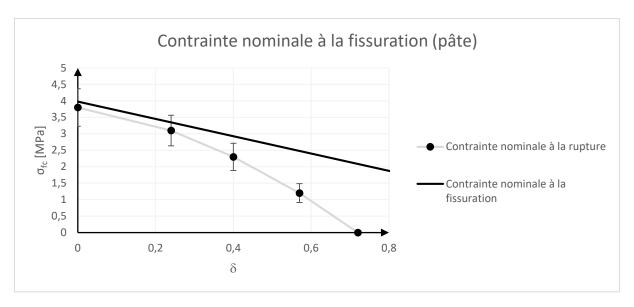


Figure 39 Evolution de la contrainte à la fissuration de la pâte de ciment

Dans cette figure, on remarque que la décroissance du seuil de fissuration en fonction du taux de dégradation chimique est plus rapide que celle de la contrainte nominale à la fissuration. Cela indique que la lixiviation favorise la fissuration de la pâte dégradée. Pour l'échantillon sain, la contrainte à la fissuration est quasiment égale à la contrainte à la rupture car, si c'est le cas, les fissures avant la rupture. Au fur et à mesure que la durée de dégradation augmente la fissuration apparaît pour des contraintes de plus en plus petites jusqu'à ce que les échantillons soient fissurés avant le chargement pour un taux de dégradation chimique de 72%.

La nature de l'observation fait qu'après la fissuration la déformation mesurée ne soit plus caractéristique pour tout l'échantillon. La fissure s'ouvre et se développe dans la profondeur d'une manière qui reste inaccessible. Cela veut dire que le comportement du matériau ne devient pas ductile, mais cette ductilité apparente est liée au développement de la fissure. L'ouverture de la fissure étant importante par rapport à la déformation de l'échantillon, la pente de la courbe contrainte déformation s'adoucit fortement. Néanmoins, il est remarquable que 'il existe une évolution importante de la fissure avant la rupture et elle ne génère pas une rupture brusque. Une explication pourrait être la forte déformabilité des matériaux cimentaires lixiviées a été remarqué à l'échelle de la microstructure (Franz H. Heukamp, Ulm, & Germaine, 2003). Pour expliquer la nature de la fissuration et de la déformation en profondeur l'observation de la face de l'échantillons perpendiculaire à la direction de dégradation pourrait être utile.

Ce type de comportement est assez surprenant tenant compte que généralement le béton en traction est quasi fragile et la propagation de la fissuration est rapide et instable. En effet, en l'absence des dispositif spéciaux de centrage de l'essai (Ferro, 1994), une fois que des fissures s'ouvrent, la surface de la section transversale diminue. Par conséquent, la rupture arrive rapidement à cause des excentricités du chargement. Cependant, ce type de comportement apparemment étrange de nos échantillons peut être expliqué par la configuration de l'essai. La charge est appliquée par l'intermédiaire des plaques de fixation sur une face parallèle à la direction de chargement et les différentes zones de dégradation sont chargées en parallèle. Alors, dans l'hypothèse d'un collage parfait, un déplacement constant sera appliqué sur toutes les zones de dégradation (Figure 40). Ce type de chargement peut être modélisé comme un ensemble de ressorts liés en parallèle où chaque ressort correspond à un niveau de dégradation. La plus grande partie de la charge sera supportée par

le ressort le plus rigide, dans notre cas la pâte de ciment saine. Les zones dégradées seront moins sollicitées. Pourtant les fissures se trouvent sur la face extérieure correspondante au niveau de dégradation le plus sévère. On a vu par des analyses à l'échelle de la microstructure que cette zone a subi une très forte dégradation chimique et une perte considérable de module d'Young. Donc on pourrait supposer que sa résistance très petite pourrait expliquer sa fissuration antérieure à la rupture globale. Par conséquent la redistribution des contraintes n'était pas suffisamment importante pour générer une ruine immédiate.

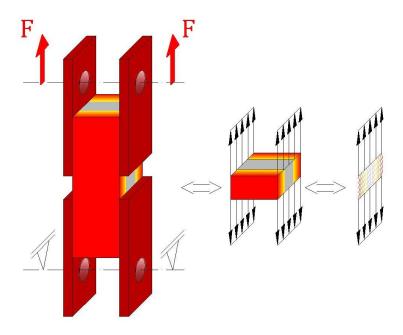


Figure 40 Principe du chargement d'un échantillon en pâte de ciment dégradée

Une évolution décroissante est remarquée aussi pour la contrainte à la rupture des échantillons composites. Pour des taux de dégradation chimiques entre 0 et 59%, la majorité des échantillons présente des ruptures dans la pâte. Le nombre d'échantillons qui présentent des ruptures à l'interface augmente progressivement avec le temps de dégradation. Après 76% de dégradation chimique tous les échantillons sont cassés à l'interface. Le coefficient de variation moyen des contraintes à la rupture est de l'ordre de 15% (Tableau 10).

Tableau 10 Evolution de la contrainte à la rupture des composites

Temps	Contrainte à la rupture (composite)				
dégradation [j]	Moyenne [Gpa]	Coefficient de variation	δ	Perte mécanique	
0	3,8	13%	0%	0%	
0,75	3,3	17%	24%	13%	
2	3	22%	42%	24%	
4	2,4	13%	59%	34%	
8	1,6	18%	75%	58%	
12	0,05	20%	100%	99%	

La Figure 41 illustre l'évolution de la contrainte nominale à la rupture des composites en fonction du taux de dégradation chimique.

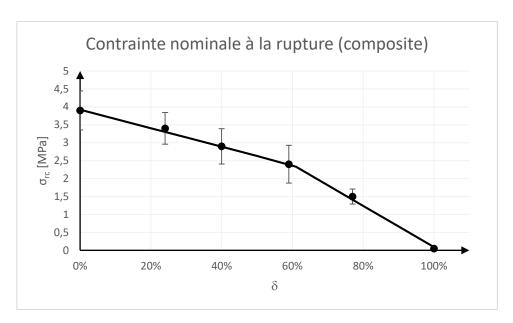


Figure 41 Evolution de la contrainte nominale à la rupture du composite en fonction du taux de dégradation chimique

L'évolution de la contrainte nominale à la rupture  $\sigma_{rc}$  des composites en fonction du taux de dégradation chimique peut être approximé par une courbe bilinéaire (Figure 41). L'équation de la courbe d'approximation est la suivante :

$$\begin{cases} si \ \delta < 0.59 \ \rightarrow \sigma_{rc} \ [MPa] = -2.58 * \delta + 3.92 \\ si \ \delta > 0.59 \ \rightarrow \sigma_{rc} \ [MPa] = -5.75 * \delta + 5.84 \end{cases}$$

La comparaison entre l'évolution de la contrainte à la rupture de la pâte et du composite en fonction du taux de dégradation chimique révèle un fort impact de la lixiviation sur le lien pâte – granulat (Figure 42). Au départ, pour des faibles taux de dégradation, les courbes coïncident car les ruptures se produisent dans la pâte. Ensuite, la chute de la contrainte à la rupture du composite est plus importante que celle de la pâte de ciment. Au final pour un taux de dégradation chimique de 100% la décohésion de l'interface est complète. La zone où la contrainte à la rupture du composite commence à être inférieure à celle de la pâte de ciment correspond aux taux de dégradation où le taux d'apparition de la fissuration à l'interface dépasse 50%. Cet aspect souligne encore une fois l'ampleur de la dégradation chimique de l'interface.

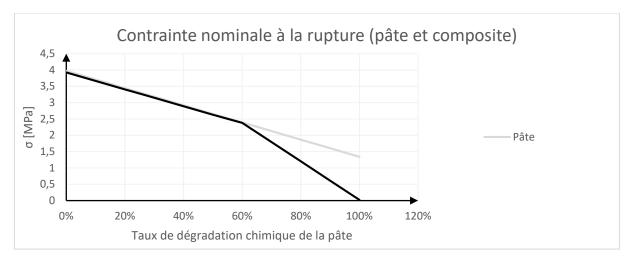


Figure 42 Evolution comparative de la contrainte à la rupture de la pâte et du composite en fonction du taux de dégradation chimique

# 3.3. Evolution de la dégradation chimique et de la perte mécanique en fonction du temps

Afin d'illustrer l'influence de la fissuration sur la contrainte à la rupture, le taux de dégradation chimique et la perte de contrainte à la rupture de la pâte peuvent être comparés. On mentionne qu'il ne s'agit pas de comparer des grandeurs chimique et mécaniques. Le taux de dégradation chimique est en effet la fraction de la section transversale perpendiculaire au chargement qui est atteinte par la dégradation. En comparant le taux de dégradation chimique avec la perte des propriétés mécaniques on peut avoir une image de la contribution de la zone dégradée sur les propriétés mécaniques du matériau. Prenons par exemple le cas extrême : si pour un taux de dégradation chimique non nulle la perte mécanique est égale au taux de dégradation chimique, alors il signifie que la contribution de la zone dégradée aux propriétés mécaniques est nulle. Ce n'est souvent pas le cas, mais la distance entre la courbe d'évolution du taux de dégradation chimique et celle des pertes mécaniques peut renseigner sur l'état de dégradation de la zone dégradée de la pâte et de l'interface.

L'influence de la dégradation chimique sur la résistance et la rigidité de la pâte peut être évaluée à travers les relations expérimentales qui ont été déduites. L'évolution du taux de dégradation chimique, de la perte de contrainte à la rupture et de la perte de rigidité ont été étudiées en fonction du temps. Pour les durées de dégradation réalisées dans cette étude les trois courbes d'évolution sont linéaires en fonction de la racine carrée du temps. L'écart assez important entre le taux de dégradation chimique et la perte de rigidité et de contrainte à la rupture de la pâte indique le fait que la contribution de la partie dégradée de la pâte aux propriétés mécaniques globales est non négligeable (Figure 43). En plus on remarque que la perte de module d'Young est inférieure à la perte de contrainte à la rupture. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que la partie la plus dégradée contribue à la rigidité, mais ne contribue plus à la résistance, car elle est fissurée.

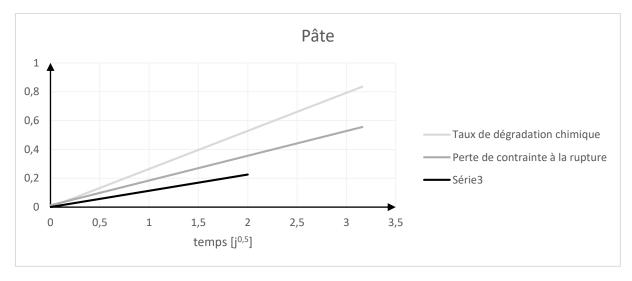


Figure 43 Evolution du taux de dégradation chimique, de la perte de contrainte à la rupture et de module d'élasticité de la pâte en fonction du temps

En revanche dans le cas du composite l'évolution de la perte de résistance et de rigidité en fonction du temps est bilinéaire avec une branche secondaire qui a une pente plus raide. Après le taux de dégradation critique les pertes mécaniques tendent à se rapprocher du taux de dégradation chimique. La perte de contrainte à la rupture arrive même à égaliser le taux de dégradation chimique au moment

où la décohésion totale se produit. Cela signifie que, à la différence de la pâte de ciment, , la contribution de la partie dégradée de l'interface à la rigidité et à la résistance globale devient nulle (Figure 44).

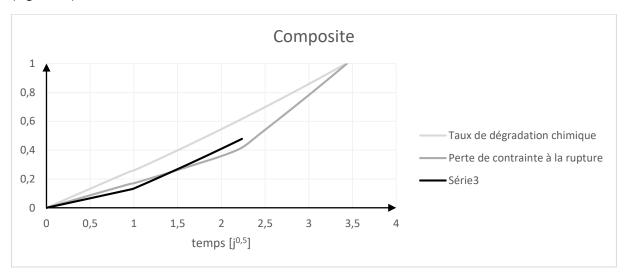


Figure 44 Evolution du taux de dégradation chimique, de la perte de contrainte à la rupture et de module d'élasticité du composite en fonction du temps

L'évolution des pertes mécaniques et du taux de dégradation chimique de la pâte et du composite en fonction du temps nous permettent de lancer une hypothèse sur la profondeur de la fissuration pendant le chargement. Sur la pâte de ciment la partie dégradée contribue aux propriétés globaux tandis que sur le composite elle arrive à une décohésion complète. Cela signifie que la profondeur de fissuration sur la pâte est inférieure à l'épaisseur dégradée tandis que la profondeur de fissuration du composite atteint l'épaisseur dégradée de l'interface (Figure 45). Pourtant cette déduction ne peut être confirmée par des mesures réelles dans cette étude en absence des observations sur la face parallèle à la direction de dégradation. La profondeur de la fissure serait observable sur une face de l'échantillon perpendiculaire parallèle à la direction de la dégradation.

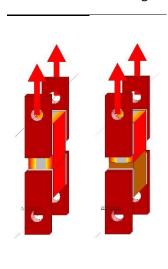


Figure 45 Profondeur de fissuration de la pâte et du composite

Ensuite l'évolution des pertes mécaniques relatives du composite par rapport à la pâte et du taux de dégradation relatif du composite par rapport à la pâte ont été représentés en fonction du temps (Figure 46). L'objectif de cette comparaison est d'évaluer qualitativement en quelle mesure les différences entre les pertes de propriétés mécaniques de la pâte de ciment et du composite sont dues

à la cinétique où à la dissolution chimique. A l'origine, on avait émis des relations pour l'évolutions des propriétés mécaniques en fonction du taux de dégradation chimique et pour le taux de dégradation chimique en fonction du temps. En corrélant ces deux types de relation, on arrive donc a tracer l'évolution des pertes de propriétés mécaniques en fonction du temps.

La perte relative de module d'Young  $P_{Er}(t)$  a été calculée avec la formule :

$$P_{Er}(t) = \frac{P_{Ec}(t)}{P_{Ep}(t)}$$

Où  $P_{EC}(t)$  est la perte du module d'Young du composite pour un temps donné et  $P_{Ep}(t)$  est la perte de module d'Young de la pâte de ciment pour une durée de temps donnée.

La perte relative de module de contrainte à la rupture  $P_{Er}(t)$  a été calculée avec la formule :

$$P_{\sigma r}(t) = \frac{P_{\sigma c}(t)}{P_{\sigma p}(t)}$$

Où  $P_{\sigma c}(t)$  est la perte de contrainte à la rupture du composite pour un temps donné et  $P_{\sigma p}(t)$  est la perte de contrainte à la rupture de la pâte de ciment pour une durée de temps donnée.

La taux de dégradation chimique relatif à la rupture  $\delta_r(t)$  a été calculée avec la formule :

$$\delta_r(t) = \frac{\delta_c(t)}{\delta_p(t)}$$

Où  $\delta_c(t)$  est le taux de dégradation chimique du composite pour un temps donné et  $\delta_p(t)$  est le taux de dégradation chimique de la pâte de ciment pour une durée de temps donnée.

En comparant l'évolution de la perte relative de module d'Young et celle du taux de dégradation chimique relative on remarque la supériorité du premier par rapport au second Cela veut dire qu'on observe la perte de rigidité du composite n'est pas due à une différence de taux de dégradation, mais à une dégradation plus forte pour un taux de dégradation similaire.

En ce qui concerne l'évolution de la perte relative de contrainte à la rupture comparée au taux de dégradation chimique relative, on remarque deux tendances :

- initialement les deux courbes coïncident jusqu'à une durée de dégradation de 4 jours ( $\sqrt{t}$ =2 jours). Dans cet intervalle de temps, la rupture des échantillons en pâte et composites se produit au même endroit et pour des forces sensiblement égales. Les taux de dégradation de l'ITZ et de la pâte de ciment ont égalé.
- finalement la perte relative de contrainte à la rupture et le taux de dégradation chimique relatif s'accélèrent, mais avec des pentes différentes. La pente de croissance de la perte de contrainte relative est visiblement plus grande que celle du taux de dégradation chimique relatif. Sur cette portion on se retrouve dans l'intervalle de temps où la fissuration de l'interface devient importante et la cinétique de la dégradation chimique de l'interface s'accélèrent. Néanmoins, la supériorité de la perte relative de contrainte à la rupture peut être associée à une quasi décohésion de l'interface, pendant que l'accélération du taux de dégradation chimique reste relativement faible

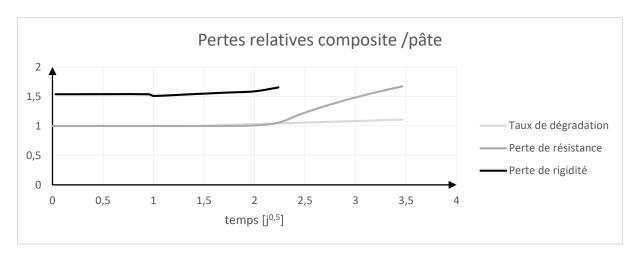


Figure 46 Evolution du taux de dégradation, de la perte de contrainte à la rupture et de la perte de module d'élasticité relatifs en fonction de temps

Donc ces dernières observations nous ont montré que la plus forte perte de propriétés mécaniques des composites par rapport à la pâte de ciment est due à une plus forte dégradation chimique et deuxièmement à l'accélération de la cinétique de dégradation au niveau de l'interface. En réalité, dans le cas de cette étude, l'accélération de la dégradation chimique de l'interface est ultérieure à la dégradation chimique importante de la pâte et non vice versa. Cette idée est indirectement en accord avec les résultats évoqués plus avant. Ces études révélaient un faible effet des ITZ sur la cinétique de dégradation du béton (Bourdette, 1994; Marchand & Delagrave, 1999), mais un effet évident des ITZ sur la perte de propriétés chimique du béton (Carde & François, 1997a), due à leurs plus fortes dissolutions chimiques et à la fissuration (Nicolas Burlion, Rougelot, & Bernard, 2007; Rougelot et al., 2010). Deuxièmement, les résultats de cette étude arrive dans la continuité de la précédente (Jebli, Jamin, Garcia-Diaz, El Omari, & El Youssoufi, 2016; Jebli, Jamin, Malachanne, Garcia-Diaz, & El Youssoufi, 2018) qui avaient statué sur la perte des propriétés mécaniques des interfaces, montrant aussi la nécessité de réaliser des analyses de la microstructure au niveau des ITZ et de la pâte de ciment. Pourtant les observations faites dans cette étude restent qualitatives, au moins de point de vue de la rupture et de la fissuration, mais montre clairement la possibilité des études quantitatives par la poursuite des démarches actuelles.

# 4. Conclusion

L'influence de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment et du composite pâte de ciment granulat a été analysée en termes de module d'Young, fissuration et contrainte à la rupture.

Sur l'échantillon en pâte, l'évolution de la contrainte nominale à la rupture et du module d'Young est linéaire en fonction du taux de dégradation chimique. Des fissures sont remarquées sur des échantillons dégradées. Néanmoins, en comparant le taux de dégradation chimique avec la perte de rigidité et de contrainte à la rupture on remarque que la partie dégradée a une contribution non négligeable et à la rigidité et à a la contrainte à la rupture. On peut imaginer alors que la fissure est diffuse et limitée seulement à une zone superficielle peu profonde.

Sur l'échantillon composite l'évolution de la contrainte nominale à la rupture et du module d'Young est bilinéaire. Ces évolutions comprennent une valeur critique au-delà de laquelle la chute est plus abrupte. Avec la dégradation la contribution de la partie dégradée de l'interface aux propriétés mécaniques devient infime. La fissuration de l'interface suite seulement à la dégradation chimique a comme conséquence une chute importante des propriétés mécaniques. La décohésion de l'interface

se produit. On peut imaginer que la profondeur de la fissure est quasiment égale à l'épaisseur dégradée.

En comparant les taux de dégradation chimique et les pertes mécaniques de la pâte et de l'interface on peut conclure sur la nature de l'effet de la dégradation chimique. Les pertes mécaniques relatives interface/pâte sont toujours supérieures au taux de dégradation relatif interface/pâte. Cela indique que la différence de perte mécanique entre la pâte et le composite provient essentiellement de l'ampleur de la dégradation chimique et dans une moindre mesure de la cinétique de dégradation. Certes, une fois la décohésion de l'interface produit, la cinétique peut devenir plus rapide à ce niveau.

En perspective la nouvelle géométrie proposée peut être utilisée pour étudiée la rigidité et la résistance à la traction, mais aussi pour étudier la profondeur de la fissuration. La profondeur de la fissuration peut être étudiée en observant l'échantillon sur une face parallèle à la direction de la propagation de la dégradation chimique.

# 5. Bibliographie

- Adenot, F. (1992). Durabilité du béton : Caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du béton. Université d'Orléans.
- Alhussainy, F., Hasan, H. A., Rogic, S., Neaz Sheikh, M., & Hadi, M. N. S. (2016). Direct tensile testing of Self-Compacting Concrete. *Construction and Building Materials*, *112*, 903–906. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.215
- Bourdette, B. (1994). Durabilité du mortier: prise en compte des auréoles de transition dans la caractérisation et la modélisation des processus physiques et chimiques d'altération. Toulouse, INSA.
- Burlion, N, Rougelot, T., Bernard, D., & Skoczylas, F. (n.d.). *Apport de la microtomographie pour l'étude de la fissuration des matériaux cimentaires sous lixiviation*. 23–25.
- Burlion, Nicolas, Bernard, D., & Chen, D. (2006). X-ray microtomography: Application to microstructure analysis of a cementitious material during leaching process. *Cement and Concrete Research*, 36(2), 346–357. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2005.04.008
- Burlion, Nicolas, Rougelot, T., & Bernard, D. (2007). *Microtomographie et fissuration : cas d'un composite ciment-verre en cours de lixiviation Abstract :* 27–31.
- Camps, G. (2008). Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d'un élément de stockage en béton. Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- Carde, C. (1996). Caractérisation et modélisation de l'altération des propriétés mécaniques due à la lixiviation des matériaux cimentaires. Toulouse, INSA.
- Carde, C., & François, R. (1997a). Effect of ITZ leaching on durability of cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, *27*, 971–978.
- Carde, C., & François, R. (1997b). Effect of the leaching of calcium hydroxide from cement paste on mechanical and physical properties. *Cement and Concrete Research*, 27(4), 539–550. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(97)00042-2
- Carde, C., François, R., & Torrenti, J. M. (1996). Leaching of both calcium hydroxide and C-S-H from cement paste: Modeling the mechanical behavior. *Cement and Concrete Research*, 26(8), 1257–1268. 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. *Journal of Engineering Mechanics*, 142(7), 04016040. https://doi.org/10.1061/(asce)em.1943-7889.0001099
- Ferro, G. (1994). *Effetti di scala sulla resistenza a trazione dei materiali*. Ph. D. thesis, Politecnico di Torino.
- Gerard, B, Didry, O., Marchand, J., Breysse, D., & Hornain, H. (1996). Modelling the long-term durability of concrete for radioactive waste disposals. *Proceedings of MRS Fall Meeting*.
- Gerard, Bruno, Pijaudier-Cabot, G., & Laborderie, C. (1998). Coupled diffusion-damage modelling and the implications on failure due to strain localisation. *International Journal of Solids and Structures*, 35(31–32), 4107–4120. https://doi.org/10.1016/S0020-7683(97)00304-1

- Heukamp, F.H, Ulm, F.-J., & Germaine, J. . (2002). Mechanical properties of calcium-leached cement pastes. *Cement and Concrete Research*, *31*(5), 767–774. https://doi.org/10.1016/s0008-8846(01)00472-0
- Heukamp, Franz H., Ulm, F. J., & Germaine, J. T. (2003). Poroplastic properties of calcium-leached cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, *33*(8), 1155–1173. 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., Garcia-Diaz, E., El Omari, M., & El Youssoufi, M. S. (2016). Influence of leaching on the local mechanical properties of an aggregate-cement paste composite. *Cement and Concrete Composites*, 73, 241–250. https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.05.001
- Jebli, M., Jamin, F., Malachanne, E., Garcia-Diaz, E., & El Youssoufi, M. S. (2018). Experimental characterization of mechanical properties of the cement-aggregate interface in concrete. *Construction and Building Materials*, 161, 16–25. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.100
- Kamali, S., Gérard, B., & Moranville, M. (2003). Modelling the leaching kinetics of cement-based materials Influence of materials and environment. *Cement and Concrete Composites*, *25*(4-5 SPEC), 451–458. 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. *These de Doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, France*.
- Le Bellégo, C., Gérard, B., & Pijaudier-Cabot, G. (2000). Chemo-mechanical effects in mortar beams subjected to water hydrolysis. *Journal of Engineering Mechanics*, 126(March), 266–272.
- Lea, F. M. (2012). The action of ammonium salts on concrete. *Magazine of Concrete Research*, *17*(52), 115–116. https://doi.org/10.1680/macr.1965.17.52.115
- Lhonneur, J., Girboveanu, A., Jamin, F., Pélissou, C., Monerie, Y., & El Youssoufi, M. S. (2019). Étude statistique de la réponse mécanique lors d'essais de traction directe à l'échelle locale. *14e Colloque National En Calcul de Structures-CSMA 2019*. Retrieved from https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02084045/document
- Marchand, J., & Delagrave, A. (1999). Influence of ITZ on ionic diffusion and leaching. *RILEM REPORT*, 157–172.
- Mazars, J. (1984). Application de la mécanique de l'endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton de structure.
- 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. *Engineering Fracture Mechanics*, *69*, 235–247.
- Nguyen, V. (2005). *Couplage dégradation chimique comportement en compression du béton*. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

- Nguyen, V. H., Colina, H., Torrenti, J. M., Boulay, C., & Nedjar, B. (2007). Chemo-mechanical coupling behaviour of leached concrete. Part I: Experimental results. *Nuclear Engineering and Design*, 237(20–21), 2083–2089. https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2007.02.013
- Öztekin, E., Pul, S., & Hüsem, M. (2016). Experimental determination of Drucker-Prager yield criterion parameters for normal and high strength concretes under triaxial compression. *Construction and Building Materials*, 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. *Cement and Concrete Research*, 22(2–3), 259–272. 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. *Cement and Concrete Research*, 40(2), 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. *Nuclear Engineering and Design*, 138(2), 151–155. https://doi.org/10.1016/0029-5493(92)90290-C
- Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J.-M., & Némoz-Gaillard, M. (2001). Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, *41*(1), 29–39.
- Zhou, F. P. (1988). Some aspects of tensile fracture behaviour and structural response of cementitious materials.