



UNIVERSITÉ
DE MONTPELLIER



UTC B UM

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

Résumé étendu

Directeurs

Prof. Dan Paul Georgescu (UTC B)

Prof. Moulay Saïd El Yousoufi (UM)

Andrei-Sorin Gîrboveanu
2020

Résumé

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

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

Table des matières

1. Contexte – La durabilité du béton.....	3
2. Problématique de recherche – La lixiviation du béton.....	4
3. Étude expérimentale du comportement chimio-mécanique du béton à l'échelle locale	5
4. Influence de l'ITZ sur le comportement du béton	6
5. Matériaux et protocoles.....	7
6. Analyse des propriétés chimio-mécaniques du béton à l'échelle locale	13
6.1. Analyses à l'échelle de la microstructure	13
6.2. Étude à l'échelle locale des propriétés mécaniques du matériau sain.....	16
6.3. Influence de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale..	19
6.4. Discussion générale de la partie résultats	21
7. Conclusion générale.....	24
8. Perspectives.....	28
9. Bibliographie.....	30

1. Contexte – La durabilité du béton

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

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

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

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

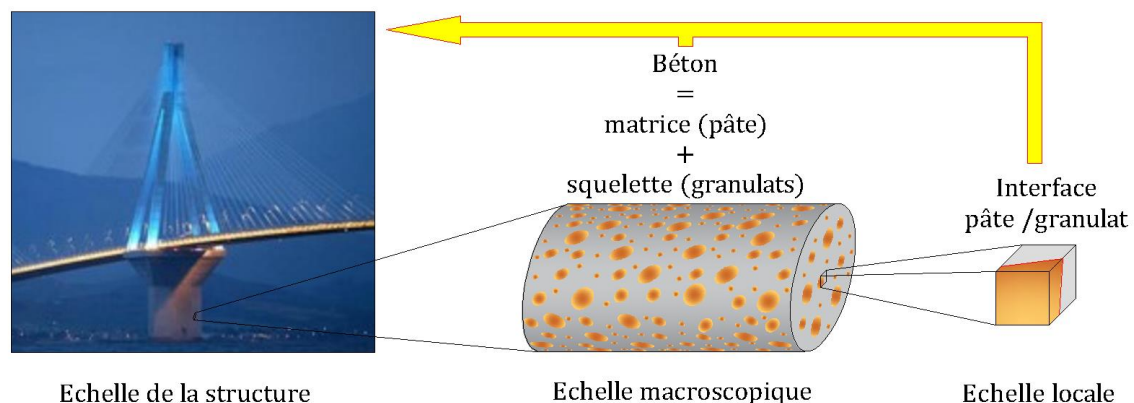


Figure 1 Principe de l'approche multi-échelle

2. Problématique de recherche – La lixiviation du béton

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

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

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

Dans le contexte d'étude du comportement du béton à l'échelle locale, un protocole expérimental a été mis en place pendant la thèse de Jebli [1]. Ce protocole consistait à créer une liaison pâte de ciment/granulat et à déterminer les propriétés mécaniques. La thèse de Jebli a montré, d'une manière générale, que l'effet de la lixiviation est plus notable sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat que sur celles de la pâte. Elle a également montré la nécessité de clarifier certains aspects liés à l'ITZ. Il s'agissait surtout de réaliser des mesures plus localisées de sa cinétique de dégradation et de comportement mécanique dans la zone interfaciale, afin de mieux préciser le rôle de l'ITZ dans le mécanisme de dégradation.

3. Étude expérimentale du comportement chimio-mécanique du béton à l'échelle locale

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

Plus concrètement, les deux voies d'étude choisies portent sur la cinétique de dégradation et les propriétés mécaniques du béton à l'échelle locale. Afin de pouvoir étudier ces aspects, une géométrie simple, mais compatible, a été favorisée. Il s'agit d'utiliser des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment/granulat avec une section carrée. Ces échantillons sont utilisés pour évaluer l'avancement de la dégradation chimique et la contrainte globale sous chargement mécanique. L'avancement de la dégradation chimique sera mesuré au niveau de la pâte et de l'ITZ afin de déterminer leur cinétique de dégradation. En ce qui concerne le comportement mécanique des échantillons à l'échelle locale, un premier volet sera dédié à l'état sain et impliquera des configurations et des types de sollicitations mécaniques différents. L'évolution des propriétés mécaniques des échantillons dégradés à l'échelle locale sera analysée en fonction de l'avancement de la dégradation, dans une seule configuration. Afin de compléter les voies principales d'étude, deux types d'observation seront réalisés pour étayer les résultats et tenter d'en expliquer l'origine. Il s'agit des observations sur la dissolution chimique et les propriétés mécaniques à l'échelle de la microstructure. D'une part, l'analyse de la dissolution est nécessaire pour accéder à l'évolution spatiale de la dégradation chimique, mais également pour valider la mesure de l'épaisseur dégradée. D'autre part, l'observation des propriétés mécaniques au niveau de la microstructure permet des comparaisons avec d'autres observations possédant des points communs (soit l'échelle d'observation, soit les grandeurs concernées). Finalement, à partir d'observations réalisées sur les résultats déjà obtenus, de nouvelles configurations seront proposées pour des essais mécaniques à l'échelle locale, dans la perspective d'identifier quantitativement les paramètres mécaniques appropriés.

4. Influence de l'ITZ sur le comportement du béton

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

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

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

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

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

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

5. Matériaux et protocoles

Comme il a été évoqué dans le chapitre 4, la nécessité d'une étude à l'échelle de la liaison pâte/granulat est dictée par un besoin d'analyser la phénoménologie complexe qui se développe au niveau des ITZ et influence le comportement mécanique du béton. Ainsi, afin de rendre possible une telle étude, un protocole expérimental a été développé pour évaluer l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et sur celles de la pâte. Dans la réalisation de ce protocole, plusieurs méthodes expérimentales sont utilisées et adaptées au contexte de recherche. Ces différentes méthodes expérimentales sont connexes, ce qui rend possible aussi la vérification, avec des comparaisons des résultats obtenus séparément par différentes méthodes.

Afin de pouvoir évaluer l'effet de la lixiviation sur le comportement mécanique du béton à l'échelle locale, il est nécessaire d'évaluer la cinétique de dégradation et l'effet de la dégradation chimique sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte. Dans ce sens, des échantillons avec des géométries spécifiques sont utilisés. Ces échantillons sont présentés dans la Figure 2. Il s'agit d'échantillons parallélépipédiques en pâte de ciment et composites et échantillons en forme de Y inversé, pâte et composites

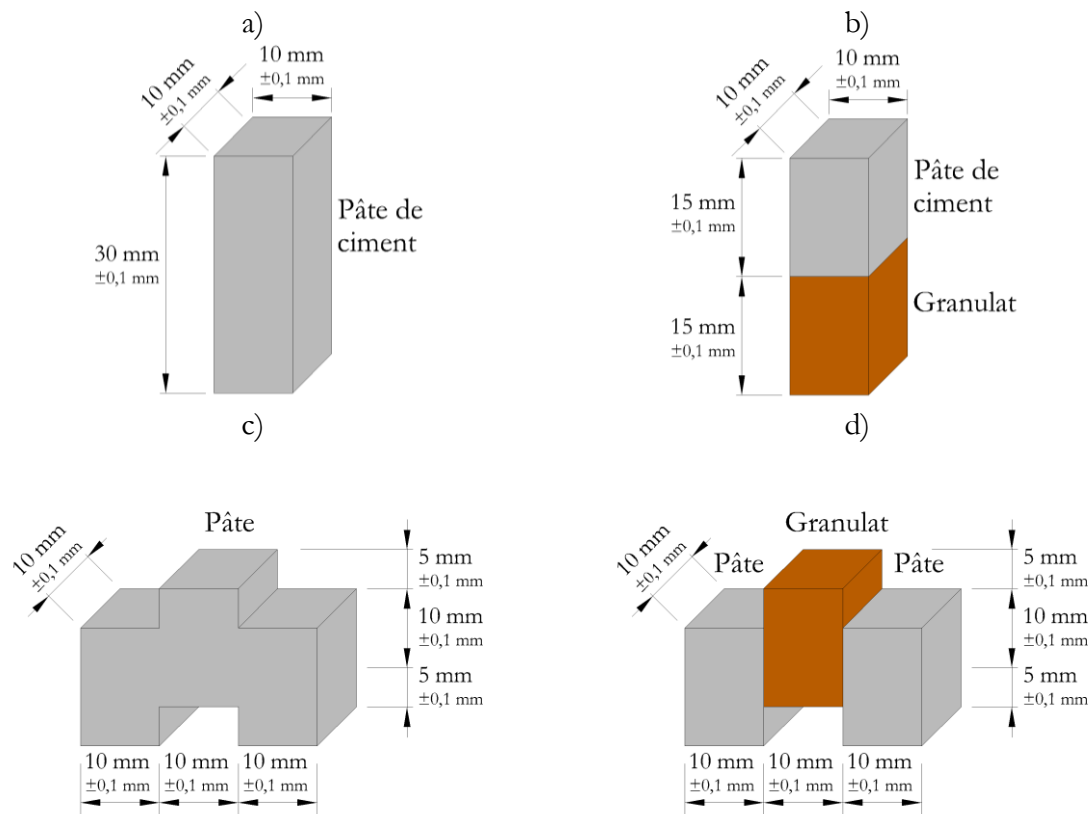


Figure 2 Echantillons parallélépipédiques en pâte de ciment a) et composites b); Echantillons en forme de Y renversé en pâte de ciment c) et composite d)

Leurs configurations géométriques permettent la mesure de l'avancement de la dégradation chimique dans le temps, ainsi que la détermination des contraintes moyennes sur leur section transversale. Les géométries de ces échantillons n'étant pas normalisées, la préparation des échantillons, notamment à la fabrication, et la méthode de dégradation seront discutées.

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

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

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

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

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

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

Les échantillons utilisés pour les analyses envisagées sont de forme parallélépipédique et en forme de Y inversé, en pâte de ciment et composites pâte/granulat. Dans la zone d'intérêt, leurs sections transversales sont des carrés de 10x10 mm², permettant à ce niveau le calcul de l'avancement de la dégradation chimique et de l'état de contrainte sous sollicitation mécanique. Ces échantillons ont été fabriqués dans des moules souples en silicone afin de faciliter le coulage et le démoulage, mais également pour minimiser l'interférence de la méthode de fabrication avec la mesure des propriétés des échantillons. Ces arguments ont rendu cette modalité de fabrication préférable aux variantes

classiques basées sur l'utilisation des moules rigides. Après fabrication, les échantillons ont été préservés dans un bain d'eau et de chaux pendant 40 jours, afin de permettre une hydratation optimale et prévenir la fissuration. Après la période d'hydratation, un certain nombre d'échantillons ont été soumis individuellement à la dégradation unidirectionnelle accélérée, dans une solution de nitrate d'ammonium. Le choix de cette méthode de lixiviation est justifié par la vitesse de dégradation élevée et par la nature du scénario de dégradation généré qui est similaire au scénario d'origine.

La dégradation chimique des échantillons est analysée par des observations à l'échelle de la microstructure pour rendre possible aussi l'analyse de l'effet de la lixiviation sur les propriétés mécaniques. Le principal point d'intérêt de ces observations à l'échelle de la microstructure est représenté par la cinétique de dégradation, définie par l'évolution de l'épaisseur dégradée en fonction du temps, déterminée à partir de l'analyse d'images des sections transversales. L'utilisation des observations optiques pour la mesure des épaisseurs dégradées est facilitée par le contraste entre les niveaux de gris de la zone saine et celui des zones dégradées (Figure 3)

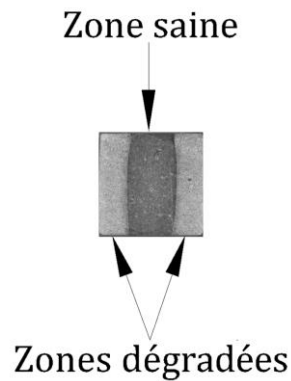


Figure 3 Section transversal d'un échantillon dégradé

L'emploi de l'analyse d'images pour la mesure de l'épaisseur dégradée est facilité par le contraste entre le niveau de gris de la zone dégradée et celui de la zone saine. Par la suite, les valeurs de l'épaisseur dégradée obtenues par analyse d'images sont vérifiées grâce à la comparaison avec des résultats d'une analyse chimique par EDS, conduite en environnement MEB, qui donne accès aux concentrations chimiques ponctuelles. L'accès à l'évolution spatiale des concentrations chimiques ponctuelles au niveau de l'ITZ et de la pâte offre aussi la possibilité d'évaluer leurs états de dissolution à travers des profils de concentrations parallèles et perpendiculaires à l'interface (Figure 4).

a)

b)

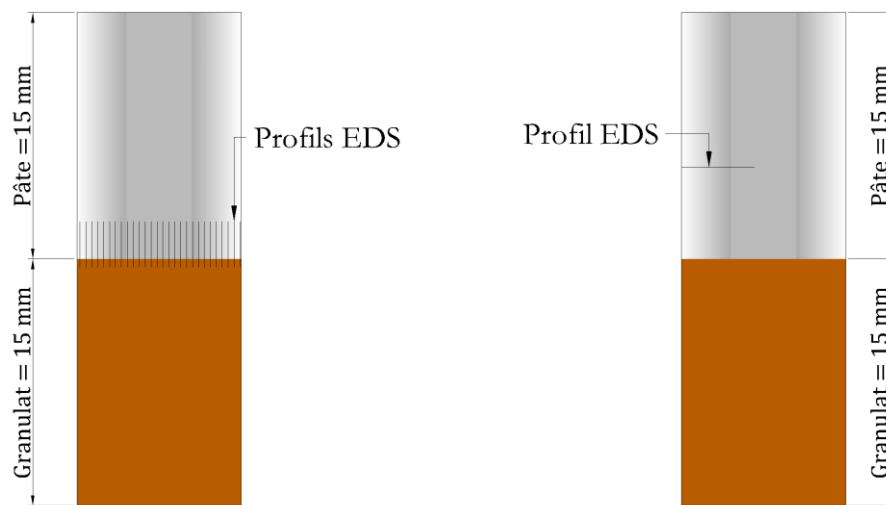


Figure 4 Profils de concentrations chimique perpendiculaires a) et parallèles à l'interface

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

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

Concernant les essais mécaniques, le principal type d'essai employé est celui de la traction directe, qui est réalisé sur des échantillons parallélépipédiques en pâte de ciment et composites. Le principe de l'essai consiste à appliquer la charge de traction à 4 plaques collées sur 2 faces opposées de l'échantillon, qui sont perpendiculaires à celle observée par CIN. Une attention particulière a été accordée à cet essai de traction, dans l'objectif d'améliorer et uniformiser les conditions expérimentales de chargement. La stratégie adoptée a été celle de contrôler les conditions aux limites imposées aux échantillons grâce à la réalisation d'un montage de collage des plaques de chargement et à l'emploi d'un dispositif de chargement bi-articulé. Les versions finales de ces deux

outils ont été choisies parmi plusieurs versions préliminaires. Le montage du collage a été conçu afin de minimiser les défauts géométriques et garantir un parallélisme satisfaisant des axes de chargement. Par la suite, la bi-articulation du dispositif de chargement (Figure 5) a contribué à uniformiser la répartition de la charge aux plaques de chargement, en minimisant l'effet des défauts géométriques du collage. Ces deux mesures ont permis ainsi une amélioration importante de la répétabilité des résultats.

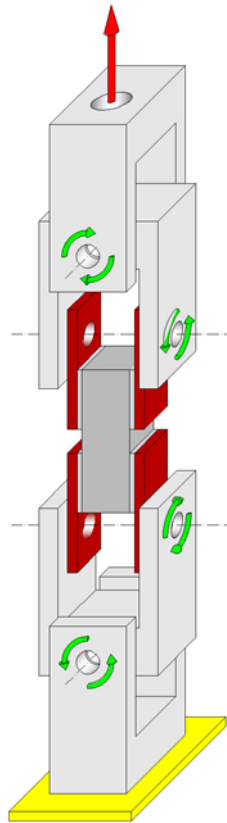


Figure 5 Dispositif de chargement bi-articulé utilise pour l'essai de traction

Les deux autres types d'essai, de cisaillement direct et cisaillement sur échantillons en forme de Y inversé, ont été réalisés afin d'élargir le champ d'observation et vérifier les résultats issus des essais de traction. Ces résultats concernent l'effet de l'ITZ sur le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat, ainsi que la mesure des déformations par CIN. En ce qui concerne l'essai de cisaillement direct, le dispositif de chargement est celui conçu et utilisé pendant la thèse de Jebli [1], dont le cisaillement est obtenu entre deux boîtes rigides suite à la translation d'une d'entre elles. En ce qui concerne les échantillons en forme de Y inversé, le dispositif de chargement a été conçu afin d'assurer une uniformité satisfaisante des charges réparties aux deux interfaces, situées à droite et à gauche du bloc central.

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

nécessaire dans le contexte plus large du programme de recherche en place au LMGC. Ce programme de recherche explore, à différentes échelles, le comportement mécanique du béton dans des conditions de sollicitations environnementales sévères.

6. Analyse des propriétés chimio-mécaniques du béton à l'échelle locale

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

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

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

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

Par conséquent, l'analyse des résultats obtenus suggère d'explorer le lien qui existe entre des phénomènes de natures différentes, chimique et mécanique, mais aussi à vérifier la fiabilité des résultats grâce à l'utilisation de plusieurs méthodes.

6.1. Analyses à l'échelle de la microstructure

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

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

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

En ce qui concerne l'analyse de la dissolution chimique et la micro indentation ont été réalisées sur 3 échantillons composites pour une seule durée de dégradation – 4 jours, sur des sections polies (voir paragraphe **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**)

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

La cinétique de dégradation a été mesurée suite à l'analyse des niveaux de gris dans la zone dégradée de l'ITZ et de la pâte de ciment. La mesure de l'épaisseur dégradé de l'ITZ, à l'interface, et celui de la pâte de ciment, ont permis la détermination d'une grandeur plus pertinente pour la caractérisation de l'état de dégradation – le taux de dégradation chimique δ . Ce taux de dégradation chimique est égal au rapport entre l'aire de la zone dégradée et l'aire totale de la section transversale. Donc, concernant la cinétique de dégradation de la pâte, elle est proportionnelle à la racine carrée du temps. En revanche celle de l'ITZ est similaire à celui de la pâte pour des taux de dégradation chimiques inférieures à 40%, mais s'accélère ensuite pour atteindre un incrément maximum de 10% quand l'ITZ est dégradée dans son intégralité (Figure 6). Cela est probablement une conséquence de l'augmentation de la diffusivité engendrée par la dissolution de la portlandite dans l'ITZ.

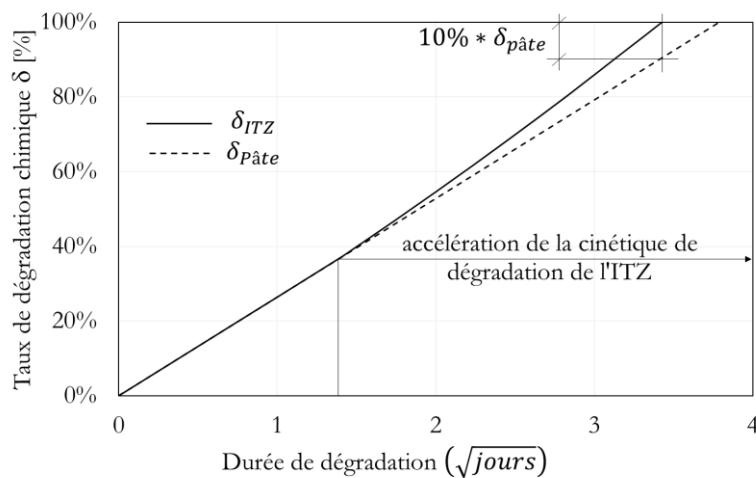


Figure 6 Cinétique de dégradation de l'ITZ et de la pâte de ciment

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

La caractérisation de la dégradation chimique dans l'ITZ et dans la pâte de ciment a été réalisée par MEB pour une seule durée de dégradation – 4 jours (taux de dégradation de 56%). A l'état sain, l'existence d'une zone qui correspond à l'ITZ, avec une épaisseur d'approximativement 15 μm dans la proximité du granulat avec une composition chimique différente, a été révélée. Ensuite,

l'évolution de la dissolution a été étudiée dans la zone dégradée de l'ITZ et du cœur de la pâte de ciment à travers le rapport Ca/Si. Malgré le fait que la différence entre l'épaisseur dégradée de l'ITZ et de la pâte est réduite, la différence en termes de dissolution est importante. L'ITZ riche en portlandite subit une dissolution du calcium sensiblement plus grande que le cœur de la pâte de ciment, manifestée par une chute plus importante du rapport Ca/Si (Figure 7). Dans la partie dégradée, les rapports Ca/Si sont similaires dans l'ITZ et dans la pâte de ciment du fait de l'existence des mêmes produits chimiques résiduels. Par conséquent, le fait que dissolution chimique est plus importante au niveau de l'ITZ et donc ; au contact avec le granulat, peut avoir des répercussions importantes sur les propriétés mécaniques de la liaison pâte de ciment/granulat.

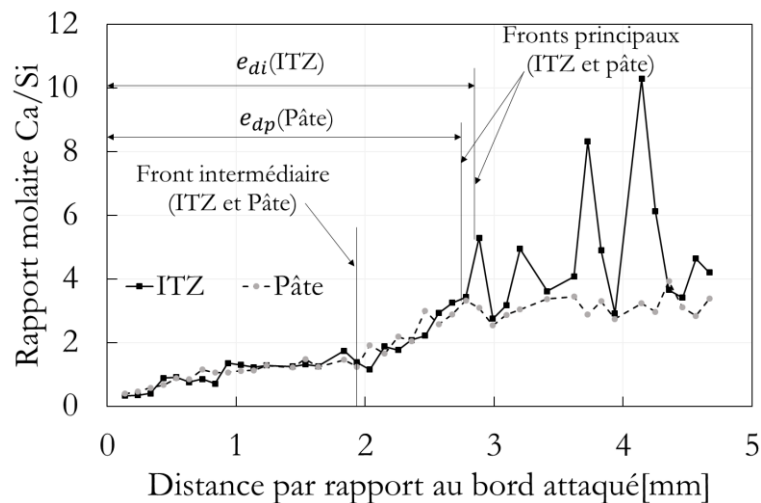


Figure 7 Profiles du rapport Ca/Si dans la zone dégradée de la pâte et de l'ITZ

Suite à la caractérisation de la dégradation chimique, la micro indentation a été utilisée pour évaluer l'évolution du module d'Young de la pâte de ciment dans la zone dégradée. Cette méthode a mis en évidence l'existence de deux zones dans la zone dégradée de la pâte où l'évolution du module d'Young est similaire à celle des niveaux de gris et du rapport Ca/Si.

Following chemical degradation characterization, micro indentation was used to assess the evolution of Young's modulus of the cement paste in the degraded area. This method demonstrated the existence of two zones in the degraded zone of the paste where the evolution of the Young's modulus is similar to that of the gray levels and the Ca / Si ratio (Figure 8).

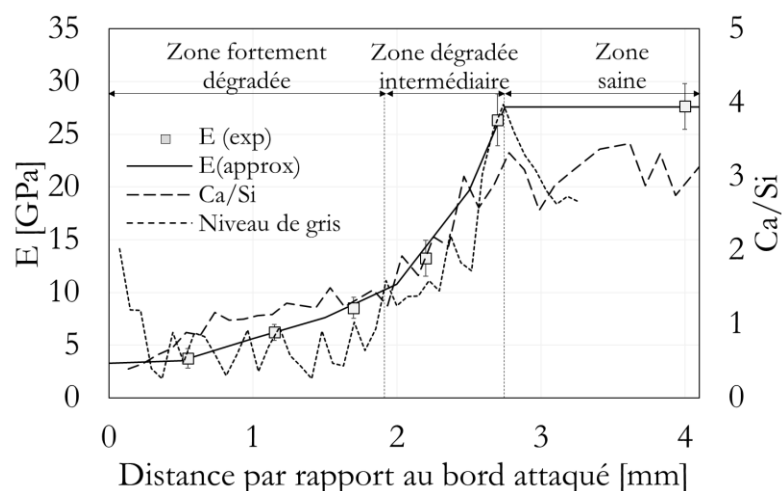


Figure 8 Représentation comparative des évolutions du module d'Young, du rapport Ca/Si et du niveau de gris en fonction de la distance par rapport à la face dégradée.

En effet la corrélation entre module d'Young, rapport molaire Ca/Si et niveau de gris a permis l'extrapolation de l'existence des zones fortement dégradées dans tous les échantillons dégradés, au niveau de l'ITZ et de la pâte. Pourtant, la perte de rigidité pourrait être plus importante dans le cas de l'ITZ, suite à la dissolution importante et affecter de manière importante la liaison pâte/granulat.

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

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

Ces essais ont été réalisés à l'aide d'un protocole qui est présenté dans le paragraphe **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, développé sur les bases d'un protocole déjà existant, mis en place par Jebli [1]. Grâce au caractère relativement innovant de l'approche, une attention particulière a été concentré sur la mise au point de protocole. Dans ce sens, la mise en forme des dispositifs d'essai ainsi que celle de l'adaptation de la méthode d'observation dar CIN ont occupé une partie importante du volume de travail qui s'est étendue sur 12 mois.

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

Les essais de traction sur la pâte de ciment et le composite ont permis une comparaison en termes de module d'Young et de contrainte à la rupture. Un comportement mécanique fragile est observé pour les deux types d'échantillons à travers les courbes contrainte/déformation obtenus par régression linéaire à partir du signal brut qui était bruité (Figure 9).

a)

b)

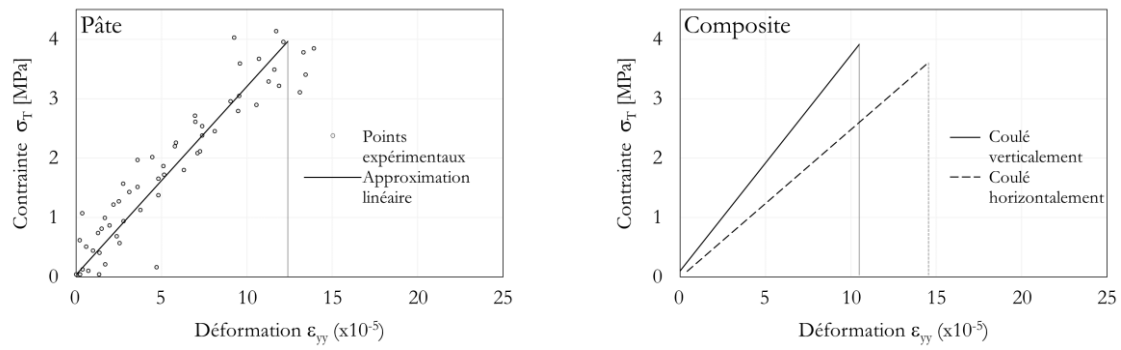


Figure 9 Courbes contrainte/déformation des échantillons sains en pâte a) et composites b)

La comparaison expérimentale de module d'Young des composites avec celui théorique dans le cas d'une liaison parfaite permet de mettre en avant l'influence de la présence de l'ITZ. Le module d'Young des composites réels est inférieur à celui correspondant au cas idéal d'une liaison parfaite. Cette observation est en accord avec l'idée générale déduite à l'échelle macroscopique que l'imperfection de la liaison pâte/granulat a un effet négatif sur le module d'Young globale du béton [3, 4].

En termes de contrainte à la rupture, une fragilité plus importante de la liaison pâte/granulat a été remarquée sur les échantillons composites coulés horizontalement. Dans ce cas, les composites présentent des ruptures à l'interface. On note également que les contraintes à la rupture des composites obtenue dans la présente étude sont supérieures à celles obtenues dans d'autres études qui ont utilisées des formulations similaires [5–7]. Cette différence peut s'expliquer par le choix le protocole de fabrication qui favorise un lien pâte/granulat fort, ainsi que par l'effet d'échelle généré par les dimensions inférieures des échantillons utilisés dans la présente étude par rapport aux autres.

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

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

En effet, ce type d'essai peut être considéré représentatif pour la résistance au cisaillement des composites, car la rupture se produit à l'interface, dans une zone où le cisaillement n'est pas perturbé par une traction parasite significative. La contrainte à la rupture du composite coulé verticalement est le double de celle des composites coulés horizontalement, montrant une forte influence du sens de coulage.

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

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

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

Deux types d'essais de cisaillement ont été réalisés sur des échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment / granulat : sur des échantillons parallélépipédiques et en forme de Y inversé. Ces deux types d'essai révèlent un état de contrainte/déformation complexe où le cisaillement demeure pourtant prédominant. L'essai de cisaillement sur des échantillons parallélépipédiques s'est montré capable de révéler la résistance au cisaillement des échantillons composites, car dans leur cas, la rupture se produit à l'interface.

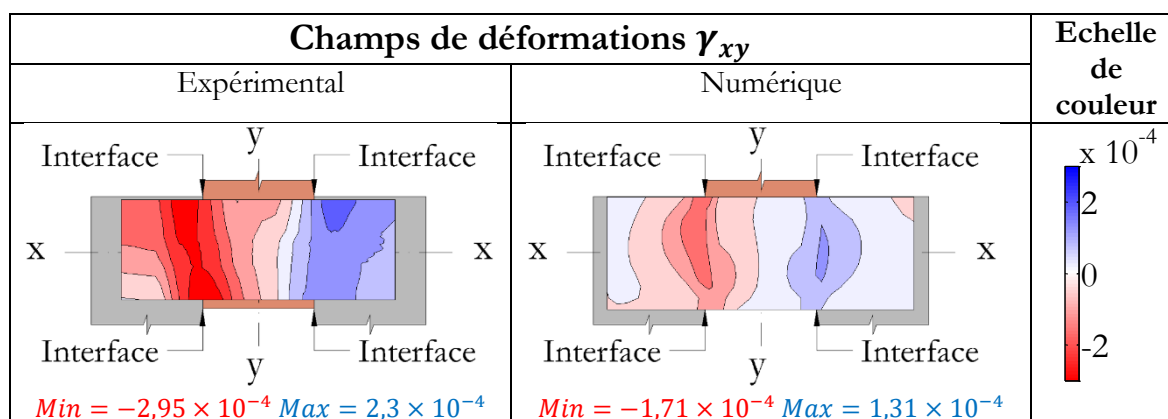


Figure 10 Comparaison entre les champs de déformation en cisaillement d'échantillons composites réel (ou expérimental) et numérique pour des conditions aux limites similaires

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

composites, qui présentent une déformabilité importante au niveau des interfaces pâte/granulat (Figure 10). Cette observation est fait pour des conditions aux limites numériques et expérimentales similaires, mais en tenant compte que l'interface numérique est parfaite, tandis que celle réelle est assoupli par la présence de l'ITZ.

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

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

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

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

Comme dans le cas des échantillons sains, les propriétés mécaniques des échantillons dégradés ont été obtenues à travers des courbes contrainte/déformation. Pourtant, à la différence des courbes des échantillons sains, les courbes des échantillons dégradés ont été approximés par des courbes polynomiales (Figure 11)

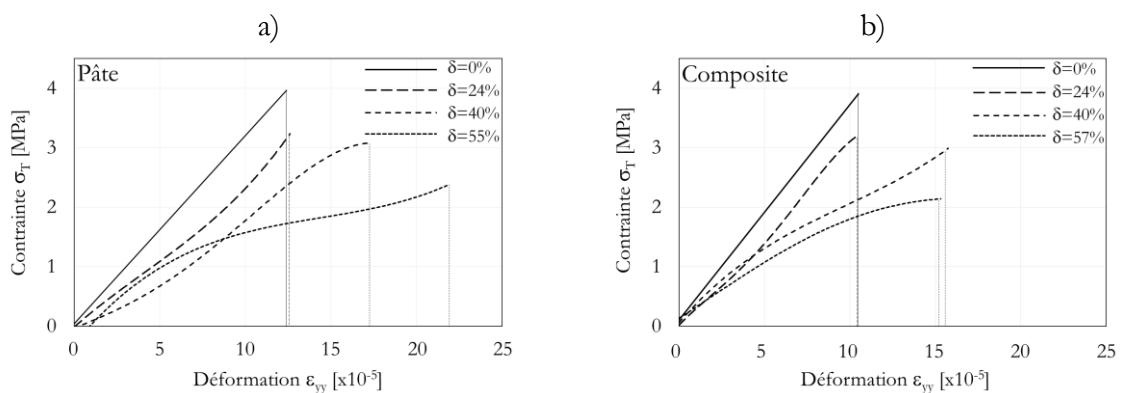


Figure 11 Courbes contrainte/déformation des échantillons dégradés en pâte de ciment a) et composites b)

L'existence de la partie non linéaire est une conséquence de l'apparition de la fissuration sur la face observée. La partie non linéaire devient de plus en plus importante avec le taux de dégradation

chimique. En effet, pour des taux de dégradation chimique supérieures à 60%, les échantillons deviennent pré fissurés et les courbes n'ont plus été affichées.

Donc, les essais mécaniques de traction couplés avec la CIN ont permis l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de dégradation chimique. Par conséquent, afin de réaliser un bilan du comportement de la liaison pâte de ciment/granulat soumise à la lixiviation, la Figure 12 se propose d'offrir une image globale de la perte d'adhésion en fonction du taux de dégradation chimique. Par conséquent, dans cette figure, plusieurs grandeurs caractéristiques pour le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat sont représentées, mais qui sont liées aussi à celui de la pâte. Il s'agit du rapport entre le module d'Young du composite réel et celui du composite idéal, le rapport entre la contrainte à la rupture du composite et celle de la pâte, ainsi que de la fréquence d'apparition de la rupture à l'interface des composites.

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

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

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

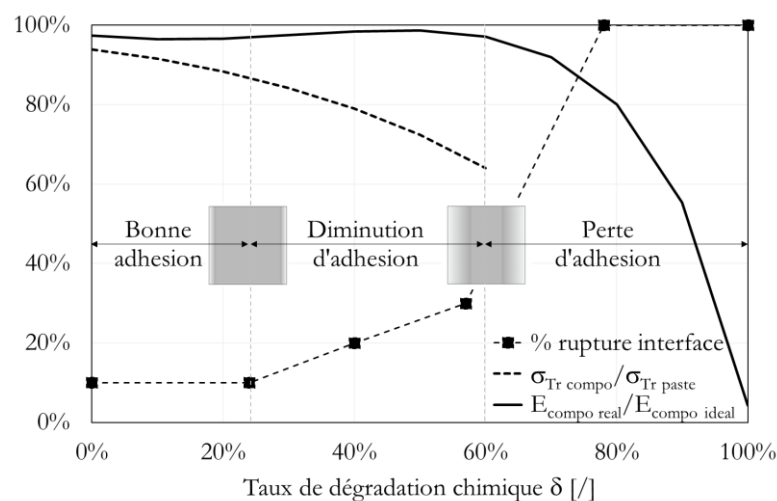


Figure 12 Perte d'adhésion entre la pâte de ciment et le granulat en fonction du taux de dégradation chimique

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

Par la suite, une comparaison peut être faite entre les résultats obtenus dans cette étude et ceux obtenus par Jebli [8] qui a réalisé une campagne d'essai sur des échantillons en pâte et composites à la même échelle. La différence entre cette étude et la présente consistait dans le fait que Jebli a utilisé une formulation propre aux bétons ordinaires : ciment CEM II LL 32.5, rapport e/c de 0,5 et granulats calcaires. Dans le cas de son étude, les contraintes à la rupture des échantillons en pâte (2,4 MPa à l'état sain) et composites (1,7 MPa à l'état sain) étaient visiblement inférieures par rapport à celles obtenues dans la présente étude, tandis que la totalité des composites ont présenté des ruptures à l'interface. Une autre différence importante a été remarquée dans l'évolution des propriétés mécaniques. Une chute importante des modules d'Young et des contraintes à la rupture a été observée pour des taux de dégradation chimiques réduites, mais cette tendance s'est atténuée pour des taux de dégradation chimiques plus grandes. Donc, en comparant les résultats des deux études, on observe que l'utilisation d'un ciment avec une classe de résistance supérieure et la réduction du rapport e/c ont eu un effet bénéfique sur la qualité de la liaison pâte/granat soumise à la lixiviation.

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

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

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

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

6.4. Discussion générale de la partie résultats

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

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

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

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

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

A l'échelle locale, les essais de traction et cisaillement ont été réalisés pour évaluer l'effet de l'ITZ sur le comportement mécanique de la liaison pâte/granulat, à travers les courbes contrainte/déformation. Cet effet de l'ITZ se manifeste par l'existence des liaisons moins rigides et moins résistantes par rapport à la pâte de ciment. Cette affirmation a un caractère plutôt qualitatif, et pas quantifiable pour l'instant, car dans certains cas, des mesures supplémentaires sont nécessaires pour accéder aux modules d'élasticité et à la contrainte à la rupture de la pâte et de l'ITZ. Dans ce contexte, tenant compte de la difficulté de la mesure des très petites déformations, la question de la fiabilité des résultats s'est posée. Malgré une dispersion assez importante, la fiabilité des valeurs moyennes des modules d'élasticité a été confirmée sur les échantillons parallélépipédiques soumis au cisaillement et à travers les essais sur échantillons en Y inversé. Une information complémentaire est représentée par la différence visible entre la qualité de la liaison pour les composites coulés verticalement et pour ceux coulés horizontalement.

En ce qui concerne les échantillons dégradés, seules des essais de traction sur des échantillons en pâte et composites coulés verticalement ont été réalisés. L'évolution du comportement mécanique des échantillons a été analysée en fonction du taux de dégradation chimique. Ce taux de dégradation chimique est le rapport entre l'aire de la zone dégradée et l'aire totale de la section transversale. En termes de rigidité, l'influence de l'ITZ s'est matérialisée par l'assouplissement de la liaison

pâte/granulat qui s'accroît suite à la dégradation chimique. Cet aspect est révélé par l'évolution du module d'Young du composite en fonction du taux de dégradation chimique, qui subit une décroissance supérieure à celui de la pâte à cause de la dissolution importante dans l'ITZ. À part cela, tenant compte que le module d'Young a été mesuré par micro indentation et essais mécaniques, une comparaison a été faite entre les valeurs obtenues par les deux méthodes. Malgré le fait que les valeurs moyennes obtenues par les deux types d'essai sont rapprochées, la dispersion plus importante des valeurs obtenues par essai de traction indique une surestimation générée par les incertitudes liées à la mise en place.

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

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

7. Conclusion générale

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

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

Un protocole expérimental a été mis en place pour permettre la caractérisation de la dégradation chimique et du comportement mécanique du matériau. Ce protocole expérimental est fondé sur des bases avancées dans la thèse de Jebli [1]. Dans la présente étude, ce protocole a évolué pour étendre le champ d'investigation aux relations qui existent entre l'avancement de dégradation chimique et la diminution des propriétés mécaniques de la liaison pâte/granulat et de la pâte. Cet objectif a été facilité par l'emploi d'échantillons avec une géométrie spécifique pour permettre la mesure de l'aire de la zone dégradée, ainsi que des niveaux de sollicitation mécanique moyenne sur la section transversale. Il s'agit d'échantillons en pâte de ciment et composites pâte de ciment/granulat avec une section transversale carrée de $10 \times 10 \text{ mm}^2$, sous deux formes différentes : des échantillons parallélépipédiques et des échantillons en forme de Y inversé. Les échantillons composites parallélépipédiques ont été fabriqués avec deux orientations différentes par rapport au sens de coulage : composites coulés en position verticale et en position horizontale. La deuxième orientation a été utilisée pour simuler le ressuage dans le béton réel. La dégradation chimique a été obtenue en utilisant le nitrate d'ammonium comme solution agressive pour permettre une accélération de la dégradation par rapport au scénario réel, mais également une propagation similaire. Cette dégradation a été appliquée d'une manière unidirectionnelle, pour la seule configuration parallélépipédique, aux échantillons en pâte de ciment et composites coulés en position verticale.

Dans le cadre général de l'exploration du comportement chimique et mécanique du béton à l'échelle locale, le premier aspect abordé a été la cinétique de dégradation de la pâte et de l'ITZ. La détermination de la cinétique de dégradation a été rendue possible grâce à la mesure des épaisseurs dégradées sur des sections transversales pour plusieurs durées de dégradation. Ceci a été fait grâce au contraste entre les niveaux de gris observés entre la zone saine et la zone dégradée, qui a permis la mesure des épaisseurs dégradées pour plusieurs durées de dégradation suite à l'analyse des images numériques des sections transversales. Ce type d'analyse a été complété par l'analyse des

concentrations chimiques, réalisées par MEB EDS et qui a permis la confirmation de l'épaisseur dégradée obtenue par analyse d'image, ainsi que l'évaluation de la dissolution du Calcium dans l'ITZ et dans la pâte. Ensuite, afin de mettre en évidence l'effet de la dégradation chimique sur une propriété mécanique de la pâte, la micro-indentation a été employée pour déterminer l'évolution du module d'Young dans la zone dégradée. L'analyse des essais de micro-indentation est aussi utile dans l'optique de l'aspect multi-échelle car elle permet le calcul d'une grandeur, le module d'Young, obtenu également suite au traitement des essais mécaniques à l'échelle locale. Ces essais de traction et cisaillement ont été réalisés sur des échantillons en pâte et composites et couplés avec la Corrélation d'Images Numérique (CIN) pour le calcul des champs de déplacements et déformations. La mesure des déplacements et déformations par CIN a été réalisée à l'aide d'une caméra haute résolution, afin d'obtenir une précision suffisante dans la mesure des déformations ponctuelles. Une attention particulière a été accordée à l'essai de traction afin de réduire la dispersion des résultats, en utilisant des accessoires supplémentaires pour diminuer les défauts géométriques et minimiser leur impact sur les résultats expérimentaux. Les essais de cisaillement sur échantillons parallélépipédiques et cisaillement sur échantillons en forme de Y inversé ont été réalisés surtout pour comparer leurs résultats avec ceux obtenus avec des essais de traction.

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

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

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

tous les échantillons, autant dans la pâte que dans l'ITZ, l'existence des zones fortement dégradées et dégradées intermédiaires. Pourtant, la décroissance du module d'Young au niveau de l'ITZ est probablement plus importante que celle au niveau de la pâte, à cause de la dissolution chimique plus importante. Cet aspect peut être vérifié suite aux essais mécaniques à l'échelle locale sur des échantillons en pâte et composites.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

8. Perspectives

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

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

A l'échelle locale, la détermination des lois de comportement de la pâte et de la liaison pâte/granulat en traction et en cisaillement est envisagée à moyen terme. Dans ce contexte, un défi serait d'obtenir des ruptures par des sollicitations simples (traction ou cisaillement). Une telle configuration permettrait la détermination des résistances mécaniques de la pâte et de la liaison pâte de ciment/granulat.

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

Le principe de ce banc consiste dans possibilité de réaliser plusieurs types d'essais sur un même cadre de base en adaptant le support d'appui et le système de chargement. Les avantages de ce dispositif sont la maîtrise des conditions aux limites (chargement et appuis), et l'observation de l'échantillon dans son ensemble. Hormis le chargement vertical actif suivant l'axe yy , un confinement horizontale passif suivant l'axe xx est possible. Ce dispositif permet la réalisation des essais de flexion, cisaillement, compression et le suivi de la fissuration dans différentes configurations géométriques. Ce dispositif est actuellement utilisé pour des essais de flexion à position modulable afin d'étudier la fissuration et la rupture des échantillons en mode mixte de traction et cisaillement (Figure 13).

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

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

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

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

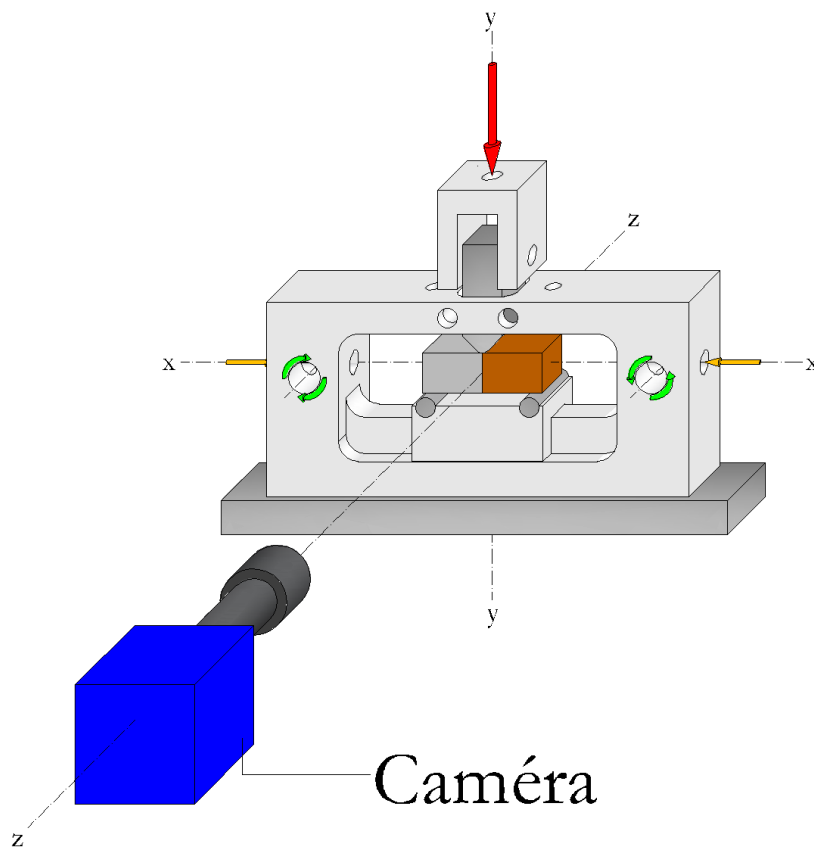


Figure 13 Banc d'essai modulaire, utilisé pour un essai de flexion à position variable

9. Bibliographie

- Adenot, F., 1992. Durabilité du béton : Caractérisation et modélisation des processus physiques et chimiques de dégradation du béton. Université d'Orléans.
- 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.
- 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.
- Crumbie, A.K., 1994. Characterisation of the microstructure of concrete. Imperial College London (University of London).
- de Larrard, T., 2010. Variabilité des propriétés du béton : caractérisation expérimentale et modélisation probabiliste de la lixiviation. Ecole normale supérieure de Cachan.
- Delagrave, A., Bigas, J.P., Ollivier, J.P., Marchand, J., Pigeon, M., 1997. Influence of the interfacial zone on the chloride diffusivity of mortars. *Adv. Cem. Based Mater.* 5, 86–92.
- Diamond, S., Huang, J., 2001. The ITZ in concrete - A different view based on image analysis and SEM observations. *Cem. Concr. Compos.* 23, 179–188. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(00\)00065-2](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(00)00065-2)
- 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.
- Larbi, J.A., 1991. The cement paste-aggregate interfacial zone in concrete. Technische Universiteit Delft.
- Leemann, A., Loser, R., Münch, B., 2010. Influence of cement type on ITZ porosity and chloride resistance of self-compacting concrete. *Cem. Concr. Compos.* 32, 116–120. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2009.11.007>
- Leemann, A., Münch, B., Gasser, P., Holzer, L., 2006. Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete. *Cem. Concr. Res.* 36, 1425–1433. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.02.010>
- Mainguy, M., Tognazzi, C., Torrenti, J.M., Adenot, F., 2000. Modelling of leaching in pure cement paste and mortar. *Cem. Concr. Res.* 30, 83–90. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00208-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00208-2)
- Marchand, J., Delagrave, A., 1999. Influence of ITZ on ionic diffusion and leaching. *RILEM Rep.* 157–172.
- Mehta, P.K., Monteiro, P.J.M., 2006. Concrete Microstructure, Properties, and materials. Berkeley.
- Monteiro, J.J.M., Mehta, P.K., 1985. Ettringite formation on the aggregate—cement paste interface. *Cem. Concr. Res.* 15, 378–380.
- Monteiro, P.J.M., Maso, J.C., Ollivier, J.P., 1985. The aggregate-mortar interface. *Cem. Concr. Res.*

15, 953–958.

- Nguyen, V.H., Colina, H., Torrenti, J.M., Boulay, C., Nedjar, B., 2007. Chemo-mechanical coupling behaviour of leached concrete. Part I: Experimental results. *Nucl. Eng. Des.* 237, 2083–2089. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2007.02.013>
- Ollivier, J.P., Maso, J.C., Bourdette, B., 1995. Interfacial Transition Zone. *Adv. Cem. Based Mater.* 7355.
- R. Berner, U., 1988. Modelling the Incongruent Dissolution of Hydrated Cement Minerals. *Radiochim. Acta* 44–45. <https://doi.org/10.1524/ract.1988.4445.2.387>
- 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>
- Scrivener, K.L., 1996. Characterization of Interfacial Microstructure, in *Interfacial Transition Zone in Concrete*. RILEM Tech. Comm. 108-ICC Rep.
- Scrivener, K.L., Crumbie, A.K., Laugesen, P., 2004. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface Sci.* 12, 411–421. <https://doi.org/10.1023/B:INTS.0000042339.92990.4c>
- Yuan, C.Z., Odler, I., 1987. The interfacial zone between marble and tricalcium silicate paste. *Cem. Concr. Res.* 17, 784–792. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(87\)90041-X](https://doi.org/10.1016/0008-8846(87)90041-X)