



**Mémoire de thèse de doctorat**

Présenté pour l'obtention du grade de

**Docteur de l'Université Paris-Est**

Spécialité : Structures et Matériaux

par

**Mohamad AL SHAMAA**

**Etude du risque de développement d'une réaction sulfatique interne et de ses conséquences dans les bétons de structure des ouvrages nucléaires**

Thèse soutenue le 03 décembre 2012 devant le jury composé de :

Ahmed LOUKILI	Professeur, Ecole Centrale de Nantes	Président
Arezki TAGNIT-HAMOU	Professeur, Université de Sherbrooke	Rapporteur
Gilles ESCADEILLAS	Professeur, Université Paul Sabatier	Rapporteur
Alain SELLIER	Professeur, Université Paul Sabatier	Examineur
Jean-Baptiste COLLIAT	Professeur, Université Lille 1	Examineur
Loïc DIVET	Chef du groupe CPDM, IFSTTAR	Conseiller d'études
Georges NAHAS	Ingénieur de recherche, IRSN	Co-directeur de thèse
Jean-Michel TORRENTI	Professeur, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées	Directeur de thèse



## **Remerciements**

*C'est avec un réel bonheur que j'en arrive à cette partie de mon travail qu'est la rédaction des remerciements. Cette étude n'aurait jamais pu être réalisée sans l'intervention d'un certain nombre de spécialistes. Je tiens donc à leur exprimer ma profonde gratitude, à eux, comme à tous ceux qui à leur manière n'ont jamais ménagé leurs efforts pour m'aider à réaliser ce travail.*

*Je tiens tout d'abord à remercier Ahmed Loukili pour avoir accepté de présider mon jury de thèse, Arezki Tagnit-Hamou et Gilles Escadeillas qui m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de ce manuscrit, ainsi que Alain Sellier pour sa participation à l'évaluation de cette thèse.*

*J'ai été durant cette thèse énormément honoré d'être dirigé par Jean-Michel Torrenti. Je lui adresse mes plus vifs remerciements pour la confiance qu'il m'a accordée, pour son soutien constant ainsi que pour ses précieux conseils qu'il m'a donnés tout au long de ce travail, aussi bien humains que scientifiques. Je lui en suis extrêmement reconnaissant.*

*Je tiens aussi à exprimer mes profonds remerciements à Loïc Divet pour son encadrement et pour m'avoir accueilli dans son groupe MAT4. Son expérience, sa clarté d'esprit et ses remarques constructives ont été un précieux recours pour mener à bien cette étude.*

*Mes remerciements vont également à Georges Nahas et l'IRSN pour la confiance qu'il m'a accordée et le soutien qu'il m'a donné. Je le remercie pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail et pour avoir été investi et curieux de mes résultats.*

*Je voudrais également remercier Jean-Baptiste Colliat, Stéphane Lavaud et Alexandre Pavoine pour leur participation à l'encadrement et au suivi de mes recherches.*

*Je dois aussi un grand merci à toutes les personnes qui m'ont aidé à la réalisation de ce travail, à savoir de l'IFSTTAR : Jean-Daniel Simitambe, Jérôme Carriat, Ingrid Lerebourg et Patrick Boujard (réalisation des coulages de centaines de corps d'épreuve!), Jean-François Bouteloup (prêts de matériels pour sciage et pour mesure de perméabilité), Charlène Castella (observations et analyses MEB), Sandrine Ramanich (essais mécaniques), Bruno Zitoun (analyses chimiques), Jean-Marc Moliard (formation au logiciel « Picture »), Alexandre Deman (essais de porosimétrie au mercure), Renaud-Pierre Martin (pour ses conseils et ses remarques), Annie Wei et Céline Besse (charges administratives), ainsi que Farid*

*Benboudjema et Matthieu Briffaut du LMT-Cachan (simulations à l'aide de Cast3m) et Patricia Brunet de l'IRSN (charges administratives).*

*Je ne saurais oublier mes collègues du groupe MAT4 que j'ai eu le plaisir de côtoyer durant ces trois années. Je pense surtout à Jérémy avec qui j'ai eu la chance de partager le bureau, mais aussi à Nour, Jonathan, Clément, Inès, Mathieu, Manuela, Arnaud, Nadia et Céline Marty. Je souhaite enfin bonne chance à tous.*

*Une immense pensée ira vers ma belle Imane. Je la remercie chaleureusement pour avoir tout partagé avec moi, et pour m'avoir toujours encouragé et supporté !*

*Enfin, je remercie bien évidemment mes parents, mes frères et sœurs, pour leur irremplaçable et inconditionnel soutien, leurs encouragements et leur assistance morale, qui m'ont permis de réaliser ce travail dans des bonnes conditions, et qui l'ont sans doute fait nettement progresser. Je vous suis infiniment reconnaissant.*

## Résumé

La réaction sulfatique interne (RSI) dans les ouvrages en béton est une pathologie susceptible de se développer lorsque des conditions particulières portant sur la composition du béton, les conditions thermiques au jeune âge et l'environnement sont réunies. Ce phénomène est attribué à la formation d'ettringite différée qui provoque un gonflement du matériau et une fissuration dans la structure. Deux types de béton sont concernés par cette pathologie : les bétons préfabriqués traités thermiquement et les bétons coulés en place dans les pièces massives.

Bien que largement étudiée depuis une dizaine d'années, la RSI n'est pas à ce jour parfaitement connue du fait de la complexité du phénomène au niveau des mécanismes mis en jeu, des paramètres influents et de ses conséquences tant à l'échelle microscopique qu'à l'échelle de l'ouvrage. Ce travail vise donc à apporter des éléments de réponse à plusieurs interrogations concernant cette pathologie, en se focalisant sur l'étude de l'impact de certains facteurs intervenant lors de la réaction et sur l'application nucléaire. De nombreuses études expérimentales ont été ainsi mises en œuvre. Une large étude est consacrée à évaluer le risque de développement de la RSI dans une enceinte de confinement d'une centrale nucléaire, du fait de la présence de structures massives dans ce type d'ouvrages. Ces travaux ont permis de mettre en évidence dans quelle mesure la pathologie influe sur les caractéristiques mécaniques et sur les propriétés de transfert du béton, et ainsi de vérifier si les exigences de sûreté attendues par ces structures sont mises en cause. Ensuite, nous nous sommes intéressés à étudier l'impact de l'hygrométrie du béton sur le développement de la RSI. Nous avons pu identifier le couplage qui existe entre l'humidité environnante et le gonflement. Le rôle joué par la lixiviation des alcalins a été également mis en évidence. Des suivis des propriétés de transfert ont été menés et confrontés aux gonflements observés. Enfin, nous nous sommes intéressés à caractériser le rôle joué par le squelette granulaire sur la cinétique et l'amplitude du gonflement par RSI. Les paramètres étudiés concernent la taille et la fraction volumique des inclusions granulaires. De plus, un exemple d'application d'une modélisation numérique mésoscopique du gonflement est proposé.

**Mots clés** : RSI, béton, ettringite, gonflement, enceinte de confinement, transfert, durabilité



# Abstract

Delayed ettringite formation (DEF) in concrete structures is a pathology that can develop when special conditions on the concrete composition, the thermal conditions at the young age and the environment are met. This phenomenon provokes swelling of the material and cracking in the structure. It affects two types of concrete : the concrete heat-treated and the concrete cast in place in massive parts.

Although many studies were done before in order to better understand this pathology, the DEF is still not well known. This is due to its complex mechanism, the influential parameters and its consequences on microscopic and structural scales. For that purpose, the thesis work was designed in order to better understand this pathology. Experimental studies were done to evaluate the impact of certain factors during the reaction, by focusing on nuclear application. An important part of this study was dedicated to assess the risk of DEF development in a nuclear power plant, and to understand how this pathology affects the mechanical characteristics and transfer properties of the concrete. Then, we have studied the impact of the hygrometry on the development of DEF. This has lead to identify a relation between environmental humidity and swelling. We have also examined the role of alkali leaching. A follow up study of the transfer properties was also done and was confronted to the observed swelling. Finally, we were interested in the characterization of the aggregates effect on the kinetics and the amplitude of DEF swelling. So, we have examined the parameters related to the size and the volume fraction of granular inclusions. Furthermore, an application of a mesoscopic numerical modeling of swelling is proposed.

**Keywords:** DEF, concrete, ettringite, swelling, containment vessel, transfer, durability





# Sommaire

<b>Remerciements .....</b>	<b>- 3 -</b>
<b>Résumé .....</b>	<b>- 5 -</b>
<b>Abstract .....</b>	<b>- 7 -</b>
<b>Sommaire .....</b>	<b>- 9 -</b>
<b>Liste des figures .....</b>	<b>- 13 -</b>
<b>Liste des tableaux .....</b>	<b>- 17 -</b>
<b>Introduction générale.....</b>	<b>- 19 -</b>
<b>Chapitre I. Etude bibliographique .....</b>	<b>- 23 -</b>
<b>I.1. Introduction.....</b>	<b>- 25 -</b>
<b>I.2. L'hydratation du ciment .....</b>	<b>- 25 -</b>
<b>I.3. Différentes catégories d'ettringite.....</b>	<b>- 28 -</b>
<b>I.4. L'exothermie des bétons .....</b>	<b>- 29 -</b>
<b>I.5. Formation différée d'ettringite .....</b>	<b>- 30 -</b>
<b>I.6. Manifestations des désordres dus à la formation différée d'ettringite .....</b>	<b>- 33 -</b>
<b>I.7. Paramètres influençant la RSI.....</b>	<b>- 34 -</b>
I.7.1. Conditions thermiques aux jeunes âges .....	- 35 -
I.7.2. Paramètres liés au ciment .....	- 41 -
I.7.3. Paramètres liés au béton .....	- 48 -
I.7.4. Paramètres liés à l'environnement de conservation .....	- 51 -
I.7.5. Interdépendance des différents paramètres : Etudes de Brunetaud .....	- 54 -
<b>I.8. Essais accélérés d'évaluation .....</b>	<b>- 55 -</b>
<b>I.9. Mécanismes d'expansion .....</b>	<b>- 58 -</b>
I.9.1. Théorie colloïdale .....	- 58 -
I.9.2. Expansion uniforme de l'ettringite .....	- 58 -
I.9.3. Expansion par pression de cristallisation .....	- 59 -
I.9.4. Mécanisme proposé par Brunetaud.....	- 59 -
<b>I.10. Effets des sollicitations mécaniques sur la perméabilité du béton .....</b>	<b>- 62 -</b>
<b>I.11. Modélisation de la RSI.....</b>	<b>- 63 -</b>
<b>I.12. Conclusion.....</b>	<b>- 66 -</b>
<b>Chapitre II. Evaluation du risque de développement de la RSI dans un béton d'enceinte de confinement .....</b>	<b>- 69 -</b>
<b>II.1. Introduction.....</b>	<b>- 71 -</b>

<b>II.2. Simulation de l'échauffement au jeune âge du radier général d'une enceinte de confinement</b>	<b>- 72 -</b>
II.2.1. Modèle thermo-chimique .....	- 72 -
II.2.2. Structure à modéliser - maillage .....	- 73 -
II.2.3. Réponse thermique du radier .....	- 76 -
II.2.4. Conclusion .....	- 78 -
<b>II.3. Programme expérimental</b> .....	<b>- 79 -</b>
II.3.1. Formulation du béton du radier .....	- 79 -
II.3.2. Fabrication des éprouvettes .....	- 81 -
II.3.3. Traitement thermique .....	- 81 -
II.3.4. Cycles de séchage et d'humidification .....	- 83 -
II.3.5. Conditionnement des éprouvettes .....	- 84 -
II.3.6. Procédures de suivi des corps d'épreuve .....	- 86 -
<b>II.4. Présentation et analyse des résultats</b> .....	<b>- 97 -</b>
II.4.1. Comparaison des variations massiques et dimensionnelles .....	- 97 -
II.4.2. Evolution des modules dynamiques .....	- 101 -
II.4.3. Effet du gonflement sur les propriétés mécaniques .....	- 102 -
II.4.4. Interaction gonflement – perméabilité – porosité .....	- 107 -
II.4.5. Couplage expansion-prise de masse .....	- 114 -
II.4.6. Apport des mesures complémentaires .....	- 121 -
<b>II.5. Conclusion</b> .....	<b>- 122 -</b>
<b>Chapitre III. Etude de l'effet de l'hygrométrie environnante sur la RSI</b> .....	<b>- 125 -</b>
<b>III.1. Introduction</b> .....	<b>- 127 -</b>
<b>III.2. Matériaux et techniques expérimentales</b> .....	<b>- 128 -</b>
III.2.1. Composition et fabrication des bétons .....	- 128 -
III.2.2. Traitement thermique .....	- 129 -
III.2.3. Conservation des éprouvettes .....	- 130 -
III.2.4. Suivi des corps d'épreuve .....	- 135 -
III.2.5. Observations au Microscope Electronique à Balayage .....	- 136 -
<b>III.3. Présentation et analyse des résultats</b> .....	<b>- 137 -</b>
III.3.1. Etude des évolutions massiques et dimensionnelles.....	- 137 -
III.3.2. Comportement hydrique.....	- 143 -
III.3.3. Caractérisation du lessivage des alcalins.....	- 144 -
III.3.4. Etude des évolutions du module dynamique .....	- 146 -
III.3.5. Etude de l'interaction gonflement-perméabilité-porosité.....	- 147 -
III.3.6. Etude du couplage expansion-variation de masse .....	- 152 -
III.3.7. Apport des observations microscopiques .....	- 155 -
<b>III.4. Conclusion</b> .....	<b>- 161 -</b>
<b>Chapitre IV. Etude de l'impact du squelette granulaire sur le phénomène de gonflement par RSI</b> .....	<b>- 163 -</b>
<b>IV.1. Introduction</b> .....	<b>- 165 -</b>
<b>IV.2. Programme expérimental : définition, mise au point et fabrication</b> .....	<b>- 166 -</b>
IV.2.1. Matériaux étudiés.....	- 166 -
IV.2.2. Fabrication et échauffement .....	- 168 -
IV.2.3. Conservation et suivi des corps d'épreuve.....	- 168 -
<b>IV.3. Etude des comportements des matériaux</b> .....	<b>- 169 -</b>

---

IV.3.1. Comparaison des évolutions des courbes d'expansion .....	- 169 -
IV.3.2. Discussion sur la nature des inclusions .....	- 171 -
IV.3.3. Discussion sur l'influence de la granulométrie .....	- 172 -
IV.3.4. Variations massiques et comportements hydriques.....	- 180 -
IV.3.5. Caractérisation microscopique .....	- 182 -
IV.3.6. Evolutions des modules dynamiques .....	- 187 -
<b>IV.4. Analyse quantitative de la fissuration des matériaux.....</b>	<b>- 188 -</b>
IV.4.1. Méthode des sécantes orientées .....	- 189 -
IV.4.2. Préparation de l'échantillon .....	- 190 -
IV.4.3. Analyse d'images et calcul des paramètres de fissuration .....	- 191 -
IV.4.4. Comparaison des paramètres de fissuration .....	- 192 -
<b>IV.5. Modélisation numérique des gonflements par RSI .....</b>	<b>- 194 -</b>
IV.5.1. Méso-modèle mécanique .....	- 195 -
IV.5.2. Réponse macroscopique.....	- 197 -
<b>IV.6. Conclusion.....</b>	<b>- 200 -</b>
<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>- 203 -</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>- 207 -</b>
<b>Annexe .....</b>	<b>- 221 -</b>



# Liste des figures

Figure I.1 : influence de la température de cure sur la résistance en compression du béton [Klieger, 1958]	30
Figure I.2 : diagramme simplifié de l'évolution des domaines de stabilité du système $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$ à 25°C (a), 50°C (b) et 85°C [Divet, 2001]	32
Figure I.3 : manifestations de la RSI : réseau de fissures (a) (échelle macroscopique), veine d'ettringite de formation différée (b) (échelle microscopique)	34
Figure I.4 : différentes phases d'un cycle thermique appliqué à un béton [Divet, 2001]	35
Figure I.5 : exemple d'enregistrement des températures d'un béton d'une pièce massive [Divet, 2002]	37
Figure I.6 : cycles thermiques subis par un béton situé en stockage profond [Barbarulo, 2002]	38
Figure I.7 : effet de la teneur en alcalins sur l'expansion de mortiers par la RSI [Lewis et al., 1995]	43
Figure I.8 : effet des conditions de conservation sur l'expansion de mortiers traités à 90°C durant 12h [Famy et al., 2001]	45
Figure I.9 : effet des additions minérales sur la RSI : cas du métakaolin (a), cas de fillers calcaires (b) [Silva et al., 2010]	46
Figure I.10 : sulfate fixé dans la phase solide (rapport S/Si) en fonction de la concentration en sulfates en solution à 85°C, et pour des C-S-H de différents rapports Ca/Si [Barbarulo, 2002]	47
Figure I.11 : influence de la nature de granulats sur l'expansion due à la RSI [Grattan-Bellew et al., 1998]	49
Figure I.12 : corrélation entre la taille des granulats de quartz et le taux d'expansion [Grattan-Bellew et al., 1998]	50
Figure I.13 : influence des conditions de conservation hygrométriques sur l'expansion due à la RSI [Graf, 2007]	53
Figure I.14 : évolution de l'HR de la pâte de ciment en fonction du temps sans échange hydrique avec l'atmosphère pour différents E/C [Yssorche, 1995]	53
Figure I.15 : mécanisme d'expansion proposé par Brunetaud [Brunetaud, 2005]	60
Figure I.16 : évolution de la perméabilité de deux éprouvettes de béton chargées et déchargées en fonction de la déformation axiale obtenue au cours du chargement [Choinska, 2006]	63
Figure II.1 : coupe verticale de l'enceinte de confinement	74
Figure II.2 : coupe verticale du radier, plots de bétonnage	74
Figure II.3 : maillage du radier	75
Figure II.4 : évolution des températures maximales dans les différents plots du radier : cas du calcul en prenant une température identique de bétons frais égale à 25°C (a), cas du calcul en tenant compte de la différence des températures réellement mesurées dans les bétons frais (b) (Tableau II.2)	77
Figure II.5 : champs de température dans le radier – cas du plot D	78
Figure II.6 : évolution maximale de la température dans le plot D pour une température à l'état frais de 25°C, comparaison entre deux calculs : coulage avec phasage et coulage en une seule phase	78
Figure II.7 : évolution de la température au cours des traitements thermiques	83
Figure II.8 : variation de la température pendant les deux cycles de séchage et d'humidification	84
Figure II.9 : conservation des éprouvettes dans l'eau	85
Figure II.10 : isolement du béton par des couches d'aluminium	85
Figure II.11 : représentation d'une éprouvette cylindrique 11×22 équipée de trois séries de plots collés longitudinalement suivant trois génératrices de 120°C	87
Figure II.12 : extensomètre et sa barre étalon (a), mesure dimensionnelle sur éprouvette de béton (b)	88
Figure II.13 : dispositif de mesure du module dynamique	89
Figure II.14 : spectre fréquentiel généré par le FDR	90
Figure II.15 : essai de compression : mesure de résistance à la rupture (a), mesure du module d'Young (b)	91
Figure II.16 : exemple d'un diagramme contrainte-déformation - cas du B11-nt-Im à 28 jours	92
Figure II.17 : perméamètre à gaz Cembureau	94
Figure II.18 : détermination de la perméabilité intrinsèque $k_v$ , d'un béton par la méthode de Klinkenberg	95
Figure II.19 : schéma de principe de la mesure de résistivité électrique	96
Figure II.20 : suivis dimensionnels et massiques des éprouvettes de B11	98
Figure II.21 : éprouvettes de B11-T70-Im (a) et de B11-nt-Im (b)	99
Figure II.22 : évolution des modules dynamiques	101
Figure II.23 : effet du traitement thermique sur les performances mécaniques à 28 jours	103

Figure II.24 : évolution avec l'expansion de la résistance en compression et du module d'Young pour le B11-T70-Im-----	104 -
Figure II.25 : évolution au cours du temps des caractéristiques mécaniques du B11-T70-Im -----	104 -
Figure II.26 : relation expansion à 700 jours - résistance en compression d'un béton affecté par RSI [Brunetaud, 2005] -----	105 -
Figure II.27 : évolution avec l'expansion de la résistance en compression et du module d'Young pour le B11-T66-Im-----	106 -
Figure II.28 : évolution de la résistance en compression du B11 – comparaison avec [Tailhan, 2008]-----	106 -
Figure II.29 : effet de l'expansion sur la perméabilité intrinsèque – évolution du rapport entre la perméabilité mesurée à un niveau d'expansion donné et la perméabilité initiale à 28 jours en fonction de l'expansion----	107 -
Figure II.30 : évolution de la perméabilité intrinsèque au cours du temps -----	108 -
Figure II.31 : évolution de la perméabilité apparente du B11-T70-Im -----	109 -
Figure II.32 : évolution avec l'expansion du rapport entre le coefficient $\beta$ de Klinkenberg déterminé à un niveau d'expansion donné et le coefficient de Klinkenberg $\beta$ initial-----	110 -
Figure II.33 : évolution du coefficient de Klinkenberg au cours du temps -----	111 -
Figure II.34 : évolution de la porosité accessible à l'eau -----	112 -
Figure II.35 : évolution de la porosité totale au mercure du B11-T70-Im -----	112 -
Figure II.36 : distribution de la taille des pores obtenue par intrusion de mercure pour le B11-T70-Im-----	113 -
Figure II.37 : distribution du volume cumulé de mercure entrant dans les pores pour le B11-T70-Im -----	114 -
Figure II.38 : relation expansion-prise de masse pour le B11-T70-Im et le B11-T66-Im-----	115 -
Figure II.39 : évolution du volume des vides en fonction du régime d'expansion $\varepsilon_v/\varepsilon_m$ - cas du B11-T70-Im -	119 -
Figure II.40 : quantités de $K^+$ et $Na^+$ lessivés et présents dans l'eau de conservation à l'âge de 570 jours --	122 -
Figure III.1 : traitement thermique imposé aux éprouvettes de béton -----	130 -
Figure III.2 : dispositif de maintien à 100% d'HR -----	131 -
Figure III.3 : dispositifs de conservation sous 91%<HR<98% -----	132 -
Figure III.4 : évolution de l'humidité relative dans les dispositifs de conservation-----	134 -
Figure III.5 : échéances de prélèvement des éprouvettes pour mesure de la porosité accessible à l'eau et de la perméabilité au gaz – cas des bétons Im et HR100-----	135 -
Figure III.6 : suivis dimensionnels et massiques des bétons -----	138 -
Figure III.7 : courbe de gonflement des bétons HR94, HR96 et HR98 -----	139 -
Figure III.8 : courbe d'expansion montrant des évolutions individuelles non uniformes des mortiers conservés sous une humidité relative de 92% [Graf, 2007] -----	141 -
Figure III.9 : suivi d'humidité relative dans l'étude de [Graf, 2007]-----	141 -
Figure III.10 : évolutions massiques individuelles des éprouvettes -----	142 -
Figure III.11 : évolution des expansions en fonction des variations massiques -----	144 -
Figure III.12 : comparaison de $K^+$ lessivé des bétons HR100 et Im à l'âge de 590 jours et du béton HR98 à l'âge de 520 jours (% massique) -----	145 -
Figure III.13 : évolution des modules dynamiques -----	146 -
Figure III.14 : évolution avec l'expansion du rapport d'accroissement de la perméabilité intrinsèque – cas des bétons HR100 et Im-----	148 -
Figure III.15 : effet de l'expansion sur la perméabilité apparente – cas des bétons HR100 et Im-----	149 -
Figure III.16 : perméabilité apparente des bétons HR91-Im, HR94, HR96 et HR98 -----	149 -
Figure III.17 : évolution avec l'expansion du rapport entre le coefficient de Klinkenberg $\beta$ déterminé à un niveau d'expansion donné et le coefficient de Klinkenberg $\beta$ initial à 28 jours - cas des bétons HR100 et Im -----	150 -
Figure III.18 : effet de l'expansion sur la porosité accessible à l'eau – cas des bétons HR100 et Im-----	151 -
Figure III.19 : porosité des bétons HR91-Im, HR94, HR96 et HR98 -----	152 -
Figure III.20 : évolution du volume des vides en fonction du régime d'expansion $\varepsilon_v/\varepsilon_m$ pour les bétons Im et HR100 -----	153 -
Figure III.21 : évolution des expansions en fonction des prises de masse pour les bétons Im et HR100-----	154 -
Figure III.22 : variation avec le taux d'expansion des pentes de régression linéaire entre expansion et prise de masse pour les bétons Im et HR100 -----	155 -
Figure III.23 : images par microscopie électronique à balayage des bétons Im et HR100 à 460 jours -----	157 -
Figure III.24 : images par microscopie électronique à balayage de surfaces polies des bétons HR94 et HR96 à 400 jours -----	158 -
Figure III.25 : images par microscopie électronique à balayage de surfaces polies du béton HR98 à 400 jours - -	159 -

Figure IV.1 : immersion des matériaux dans l'eau-----	169 -
Figure IV.2 : comparaison des évolutions dimensionnelles en fonction des diamètres moyens et des fractions volumiques des inclusions -----	170 -
Figure IV.3 : évolutions dimensionnelles – cas des gonflements importants -----	172 -
Figure IV.4 : porosités totales des matériaux (a) et des pâtes de ciment associées (b)-----	173 -
Figure IV.5 : effet de la surface d'échange pâte-granulats sur l'expansion à 500 jours – cas des matériaux formulés avec les inclusions de diamètre 510 $\mu\text{m}$ et 2800 $\mu\text{m}$ -----	174 -
Figure IV.6 : granulats sphérique noyé dans une matrice infinie soumise à un champ de contraintes uniaxial et uniforme (a), concentrations des contraintes à l'interface matrice-granulat (b)-----	175 -
Figure IV.7 : zone d'influence d'un vide (module élastique nul) dans les directions $\theta = 0^\circ$ et $\theta = 90^\circ$ pour un champ uniaxial et unitaire [Shink, 2003]-----	176 -
Figure IV.8 : relation entre résistance en compression (après élimination de l'effet du rapport eau/ciment) et Epaisseur Maximale de Pâte, pour quatre jeux indépendants de données - paramètre sans dimension en fonction de l'EMP en mm [De Larrard, 2000] -----	177 -
Figure IV.9 : fraction interconnectée des auréoles de transition dans des mortiers en fonction de la fraction volumique du sable et pour différentes épaisseurs des auréoles [Garboczi, 1996] -----	180 -
Figure IV.10 : comparaison des suivis massiques en fonction des diamètres moyens et des fractions volumiques des inclusions-----	181 -
Figure IV.11 : évolutions des déformations en fonction des prises de masse -----	182 -
Figure IV.12 : observations microscopiques des matériaux d2800p50 et d2800p30 (~400 jours)-----	184 -
Figure IV.13 : observations microscopiques des matériaux d510p50 et d510p30 (~400 jours)-----	185 -
Figure IV.14 : observations microscopiques des matériaux d20p30 et d45p30 (~400 jours) -----	186 -
Figure IV.15 : évolutions des modules dynamiques -----	187 -
Figure IV.16 : schéma du principe de la méthode des sécantes orientées-----	189 -
Figure IV.17 : étapes de préparation de l'échantillon -----	190 -
Figure IV.18 : mise en évidence et quantification de fissures-----	191 -
Figure IV.19 : incertitude de la moyenne de la longueur spécifique de fissures en fonction du nombre d'images analysées -----	192 -
Figure IV.20 : comparaison des densités de fissuration des matériaux d2800p30, d2800p40 et d2800p50---	193 -
Figure IV.21 : comparaison des degrés d'orientation de la fissuration des matériaux d2800p30, d2800p40 et d2800p50-----	194 -
Figure IV.22 : maillage non-adapté pour un matériau bi-phasique : éléments coupés par l'interface [Colliat et al., 2011]-----	196 -
Figure IV.23 : représentation d'une discontinuité forte [Colliat et al., 2011]-----	196 -
Figure IV.24 : échantillon cylindrique (11 cm $\times$ 22 cm), pâte en bleu, inclusions en blanc, interfaces en rouge (a) et fissuration après gonflement (b) -----	197 -
Figure IV.25 : évolutions des expansions macroscopiques des matériaux en fonction de l'expansion mésoscopique de la matrice cimentaire – cas des matériaux formulés avec les inclusions de diamètres moyens de 2800 $\mu\text{m}$ et 510 $\mu\text{m}$ -----	199 -
Figure IV.26 : évolutions des modules statiques relatifs en fonction de l'expansion mésoscopique de la matrice cimentaire – cas des matériaux formulés avec les inclusions de diamètres moyens de 2800 $\mu\text{m}$ et 510 $\mu\text{m}$ ---	200 -





# Liste des tableaux

<i>Tableau I.1 : recommandations pour la réalisation des traitements thermiques [Divet, 2001]</i>	40 -
<i>Tableau I.2 : classes d'exposition de la partie d'ouvrage vis-à-vis de la RSI [LCPC, 2007]</i>	54 -
<i>Tableau II.1 : valeurs des paramètres utilisées dans les simulations</i>	75 -
<i>Tableau II.2 : températures des bétons mesurées à l'état frais dans les différents plots du radier</i>	76 -
<i>Tableau II.3 : composition chimique du ciment CEM II/A-LL 42,5 R</i>	80 -
<i>Tableau II.4 : constituants du ciment CEM II/A-LL 42,5 R</i>	80 -
<i>Tableau II.5 : composition minéralogique du clinker</i>	80 -
<i>Tableau II.6 : formulation du béton B11</i>	81 -
<i>Tableau II.7 : classes et valeurs limites de durabilité relatives à l'indicateur « perméabilité au gaz » [AFGC, 2004]</i>	109 -
<i>Tableau II.8 : caractéristiques des réactifs et des produits de la réaction de formation d'ettringite</i>	118 -
<i>Tableau II.9 : variabilité de la porosité mesurée sur 39 échantillons d'une même gâchée [Poyet et Torrenti, 2010]</i>	120 -
<i>Tableau II.10 : résistivités électriques de B11-T70-Im et B11-nt-Im à l'âge de 650 jours</i>	121 -
<i>Tableau III.1 : formulation du béton</i>	128 -
<i>Tableau III.2 : composition chimique du ciment CEM I 52,5 N</i>	129 -
<i>Tableau III.3 : constituants du ciment CEM I 52,5 N</i>	129 -
<i>Tableau III.4 : composition minéralogique du clinker</i>	129 -
<i>Tableau III.5 : valeurs d'humidité relative apportées par les sels et leur dépendance de la température - valeurs données par Young [Young, 1967] et O'Brien [O'Brien, 1948] à 25°C</i>	133 -
<i>Tableau III.6 : quantités initiales d'alcalins (masse volumique du béton ~2400 kg/m<sup>3</sup>, dosage en ciment 400 kg/m<sup>3</sup>)</i>	145 -
<i>Tableau III.7 : régression linéaire entre expansion et prise de masse pour les bétons Im et HR100</i>	154 -
<i>Tableau IV.1 : formulations des matériaux (dosages pour un volume de 20 litres)</i>	167 -
<i>Tableau IV.2 : propriétés matérielles des phases</i>	198 -



# Introduction générale

Les travaux de cette thèse sont issus d'une collaboration entre l'IRSN (Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire), l'IFSTTAR (Institut Français des Sciences et Technologies des Transports, de l'Aménagement et des Réseaux) et le LMT-Cachan (Laboratoire de Mécanique et Technologie de l'école normale supérieure de Cachan).

## Présentation du contexte

Actuellement, plus de 75% de l'énergie électrique produite en France est d'origine nucléaire. Cette part aussi importante d'électricité d'origine nucléaire et, plus généralement, l'énergie nucléaire en France font régulièrement débat car elles soulèvent des questions concernant la sûreté des installations.

La spécificité des exigences de sûreté pour les ouvrages du génie civil ne se limite pas à leur stabilité mécanique sous différentes agressions d'origines naturelles ou industrielles. Une exigence supplémentaire relative à leur étanchéité est souvent demandée. Elle consiste à s'assurer de leur capacité à maintenir le confinement en cas d'accident ou après un séisme ou un incendie. À titre d'exemple, le taux de fuite maximal d'une enceinte de confinement d'une centrale nucléaire est fixé par décret à la construction de l'ouvrage. Le respect de ce taux de fuite est vérifié à la construction et tous les 10 ans à la pression de dimensionnement de l'enceinte. Or, les enceintes de confinement représentent la troisième et dernière barrière de sécurité du réacteur nucléaire. Leur comportement représente ainsi un point important pour l'évaluation de la sûreté des installations nucléaires, et le matériau qui les compose doit répondre au mieux aux exigences demandées.

En France, le béton est le matériau de référence utilisé dans la construction de ces ouvrages. Le choix du béton comme matériau de construction des ouvrages du génie civil est motivé par ses caractéristiques mécaniques, sa facilité de mise en œuvre et son faible coût. Le retour d'expérience sur le béton armé est de 100 ans environ, celui du béton armé des ouvrages nucléaires est d'une cinquantaine d'années seulement. Aujourd'hui, il est admis que le béton peut s'altérer après quelques années ou quelques dizaines d'années. Les altérations sont variées. Elles atteignent soit la matrice cimentaire soit les armatures, parfois les deux. Leurs origines sont très nombreuses : chaque étape depuis la formulation jusqu'à la mise en œuvre, mais aussi l'agressivité de l'environnement peuvent être sources de dégradation. La liste des

sources possibles de dégradation liées à la formulation ou à la mise en œuvre est longue. Cependant, un béton convenablement formulé et correctement mis en œuvre peut malgré tout être soumis au cours du temps à des altérations qui favorisent sa dégradation.

Ainsi, certaines pathologies altèrent l'ouvrage et mettent en défaut les exigences de sûreté attendues. Le retour d'expérience sur ces pathologies, d'après les observations réalisées sur les ouvrages d'art en béton armé, indique que la période d'incubation de certaines pathologies est assez longue (par exemple la réaction sulfatique interne (RSI) ou la corrosion des armatures). Elle dépend aussi de plusieurs paramètres dont le plus important est l'état hydrique du béton. On distingue plusieurs types de dégradations du béton qui peuvent être d'origine chimique (carbonatation, attaque des chlorures, attaque sulfatique, alcali-réaction...), thermique (cycles de gel-dégel...) ou mécanique (chargements statiques, fatigue...).

Parmi les dégradations d'origine chimique figure la réaction sulfatique interne (RSI). Il s'agit d'une pathologie endogène qui se développe dans le béton durci sans apport de sulfates externes, mais avec des constituants initialement contenus dans le béton. Cette réaction est principalement rencontrée en raison d'un échauffement important du béton intervenant plusieurs heures ou plusieurs jours après coulage et susceptible de modifier le processus normal d'hydratation du ciment. Elle se rencontre dans les structures au contact d'un environnement humide pendant plusieurs années. L'origine de l'échauffement du béton au jeune âge peut être due soit à un traitement thermique appliqué dans les pièces préfabriquées, soit à l'exothermie de la réaction d'hydratation du ciment dans des pièces massives dans lesquelles la chaleur dégagée n'est que partiellement évacuée vers l'extérieur. Le développement de la RSI se manifeste par un gonflement et une fissuration du béton. Le gonflement est dû à la formation tardive d'ettringite, un produit normalement issu de l'hydratation du ciment, mais dont la précipitation dans le béton durci peut provoquer le développement de contraintes importantes.

De nombreuses recherches ont déjà été menées depuis quelques dizaines d'années dans le but d'apporter des informations sur les causes, les mécanismes physico-chimiques et les cinétiques de la réaction engendrant le phénomène de gonflement interne sulfatique, mais également afin d'évaluer l'incidence des divers paramètres intervenant lors de la réaction. Il apparaît que la conjonction de plusieurs paramètres est indispensable pour amorcer et développer la RSI. Cependant, malgré les nombreuses études déjà menées, à ce jour, plusieurs points ne sont pas parfaitement bien connus. Les besoins de compréhension dans le cadre de cette pathologie sont nombreux et peuvent être classés selon quatre ordres :

- Recensement des paramètres influençant le phénomène et leur impact sur la cinétique et l'amplitude des gonflements,
- Évaluation des méthodes de détection de la RSI et proposition d'autres méthodes issues des dernières connaissances du phénomène afin d'identifier les ouvrages sensibles à ce risque,
- Recherche de moyens efficaces pour arrêter ou réduire la cinétique de la réaction,
- Mise au point de modèles numériques pour la simulation des ouvrages en vue de la prédiction de leur comportement à long terme.

### **Organisation de la thèse**

Les travaux présentés dans le cadre de cette thèse visent à apporter des éléments de connaissance sur la compréhension de la RSI, en se basant sur une mise en œuvre de plusieurs programmes expérimentaux complets. Nous nous sommes intéressés notamment à évaluer l'impact de certains facteurs influents (humidité relative, squelette granulaire), en se focalisant sur l'application nucléaire. Ce mémoire est développé et présenté en quatre chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique qui permet de présenter l'état des connaissances actuelles sur la RSI. Les mécanismes réactionnels et les paramètres impliqués dans la pathologie sont essentiellement discutés. Cette synthèse nous a permis également de déterminer les besoins en recherche pour cette pathologie et de construire les programmes expérimentaux de nos différentes études.

Le second chapitre présente une étude destinée à répondre au mieux aux attentes de l'IRSN. Il s'agit d'évaluer le risque de développement de la RSI dans un béton reconstitué représentatif de celui d'un radier général d'une enceinte de confinement d'une centrale nucléaire. Cette partie permet également de mettre en évidence dans quelle mesure la pathologie influe sur les propriétés de ce béton. Les essais de caractérisation concernent essentiellement l'évolution des caractéristiques mécaniques et des propriétés de transfert.

Dans le troisième chapitre, nous nous sommes attachés à apporter des améliorations sur le rôle joué par l'hygrométrie du béton sur la cinétique et l'amplitude de gonflement par RSI. Des essais de gonflement sur des éprouvettes d'un béton de référence, conservées dans différentes conditions hygrométriques, ont été réalisés et visent à caractériser le couplage qui existe entre le gonflement et l'humidité environnante. Une analyse de la modification du comportement hydrique est menée à partir des résultats issus des essais de caractérisation du lessivage des

alcalins dans les matériaux. Nous avons également suivi l'évolution des propriétés de transfert avec l'expansion.

Le quatrième chapitre est consacré à une étude visant à évaluer l'impact des inclusions granulaires sur le gonflement par RSI. Nous avons réalisé des essais de gonflement sur des matériaux modèles formulés par des mélanges de pâte de ciment et d'inclusions de granulométries connues. Cela a permis d'apporter des éléments de réponse sur l'impact du diamètre des inclusions granulaires, ainsi que sur celui de la surface d'échange entre la pâte de ciment et les inclusions. En plus d'une caractérisation qualitative de la microstructure des matériaux, cette étude comporte également une approche de quantification des paramètres caractéristiques du réseau de fissures, en particulier en termes de densité et d'orientation. Le rôle du squelette granulaire a été également mis en évidence en réalisant une modélisation numérique à l'échelle mésoscopique des conséquences mécaniques du gonflement par RSI.

Enfin, nous terminerons ce mémoire de thèse par une conclusion générale de nos travaux, ainsi que par les perspectives qui en découlent sur les améliorations nécessaires à apporter pour une meilleure compréhension de la RSI.

# Chapitre I.

## Etude bibliographique

<b>I.1.</b>	<b>Introduction</b> .....	<b>- 25 -</b>
<b>I.2.</b>	<b>L'hydratation du ciment</b> .....	<b>- 25 -</b>
<b>I.3.</b>	<b>Différentes catégories d'ettringite</b> .....	<b>- 28 -</b>
<b>I.4.</b>	<b>L'exothermie des bétons</b> .....	<b>- 29 -</b>
<b>I.5.</b>	<b>Formation différée d'ettringite</b> .....	<b>- 30 -</b>
<b>I.6.</b>	<b>Manifestations des désordres dus à la formation différée d'ettringite</b> .....	<b>- 33 -</b>
<b>I.7.</b>	<b>Paramètres influençant la RSI</b> .....	<b>- 34 -</b>
I.7.1.	Conditions thermiques aux jeunes âges.....	- 35 -
I.7.1.1.	Bétons traités thermiquement.....	- 35 -
I.7.1.2.	Bétons de grande masse.....	- 36 -
I.7.1.3.	Echauffement à long terme.....	- 37 -
I.7.1.4.	Température et durée de maintien.....	- 38 -
I.7.1.5.	Recommandations.....	- 40 -
I.7.2.	Paramètres liés au ciment.....	- 41 -
I.7.2.1.	Teneur en sulfates et en aluminates.....	- 42 -
I.7.2.2.	Teneur en alcalins.....	- 42 -
I.7.2.3.	Les additions minérales.....	- 45 -
I.7.2.4.	La finesse du ciment.....	- 46 -
I.7.2.5.	Recommandations.....	- 47 -
I.7.3.	Paramètres liés au béton.....	- 48 -
I.7.3.1.	Les granulats.....	- 48 -
I.7.3.2.	Le rapport E/C.....	- 50 -
I.7.3.3.	La préexistence de fissures.....	- 51 -
I.7.4.	Paramètres liés à l'environnement de conservation.....	- 51 -
I.7.5.	Interdépendance des différents paramètres : Etudes de Brunetaud.....	- 54 -
<b>I.8.</b>	<b>Essais accélérés d'évaluation</b> .....	<b>- 55 -</b>
<b>I.9.</b>	<b>Mécanismes d'expansion</b> .....	<b>- 58 -</b>
I.9.1.	Théorie colloïdale.....	- 58 -
I.9.2.	Expansion uniforme de l'ettringite.....	- 58 -
I.9.3.	Expansion par pression de cristallisation.....	- 59 -
I.9.4.	Mécanisme proposé par Brunetaud.....	- 59 -
<b>I.10.</b>	<b>Effets des sollicitations mécaniques sur la perméabilité du béton</b> .....	<b>- 62 -</b>
<b>I.11.</b>	<b>Modélisation de la RSI</b> .....	<b>- 63 -</b>
<b>I.12.</b>	<b>Conclusion</b> .....	<b>- 66 -</b>





## **I.1. Introduction**

Les milieux sulfatiques représentent un risque majeur de dégradation pour le béton. Les sources en sulfates peuvent être d'origine externe (sulfates naturellement présents dans le sol, sulfates issues de la décomposition biologique des substances organiques, environnements industriels, eaux de mer, eaux usées...) ou interne (eau de gâchage, granulats, ciment, adjuvants) [Divet, 2001].

L'action des sulfates sur le béton fait intervenir un certain nombre de phénomènes physico-chimiques complexes, dépendant de nombreux paramètres (type de sulfate, type de ciment, formule du béton, classe d'exposition...). Les réactions chimiques auxquelles elle conduit ainsi que leurs conséquences physiques (augmentation de la porosité, expansion...), peuvent provoquer des dégradations plus ou moins importantes. Parmi celles-ci figure la réaction sulfatique interne (RSI) qui peut avoir lieu sans apport externe d'ions sulfates, et qui est susceptible de provoquer un gonflement du béton. Les dégradations sont caractérisées par des fissures en surface qui apparaissent après plusieurs années d'exposition à des conditions sévères caractérisées par une forte humidité. Ce phénomène rare peut se rencontrer, seulement dans des environnements humides, dans des pièces massives en béton coulées en place ou dans des pièces de béton ayant subi un traitement thermique. Il est souvent dénommé DEF (Delayed Ettringite Formation), traduction anglaise de Formation Différée d'Ettringite.

L'origine du gonflement et la nature des paramètres impliqués ont fait l'objet de nombreuses études. En effet, les premières recherches qui ont été lancées sur la RSI avaient comme objectifs d'étudier l'impact des différents paramètres sur le développement de cette pathologie ainsi que sur l'amplitude des gonflements observés. Ensuite, les études ont surtout porté sur l'explication des mécanismes d'apparition et de développement de cette réaction. Enfin, les chercheurs se sont dirigés vers la modélisation des phénomènes afin de répondre aux exigences des gestionnaires des ouvrages sur la prédiction des comportements des structures ainsi que de l'évolution de la pathologie.

## **I.2. L'hydratation du ciment**

La plupart des propriétés du béton, et plusieurs aspects de sa durabilité, dépendent des caractéristiques de la pâte de ciment durcie. Il est donc important de comprendre la structure de la pâte de ciment hydraté. Ainsi, nous nous intéressons dans ce paragraphe au processus d'hydratation du ciment [Baroghel-Bouny, 1994 ; Nonat, 2008].

Le clinker, constituant de base des ciments, correspond à une poudre composée de phases minérales anhydres (silicates de calcium bicalcique et tricalcique, aluminat tricalcique et aluminoferrite de calcium) issues de la cuisson d'un mélange d'environ de 80% de calcaire et de 20% d'argile. Les notations abrégées utilisées pour désigner les phases cimentières en écrivant les transformations chimiques sont les suivantes : C pour CaO (chaux), S pour SiO<sub>2</sub> (silice), A pour Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (alumine), F pour Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hématite) et H pour H<sub>2</sub>O. Ainsi, les principaux constituants du clinker s'écrivent :

Silicate tricalcique, Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub> ou 3CaO.SiO<sub>2</sub> : C<sub>3</sub>S ;

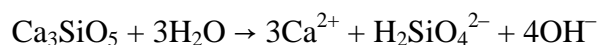
Silicate bicalcique, Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> ou 2CaO.SiO<sub>2</sub> : C<sub>2</sub>S ;

Aluminat tricalcique, Ca<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>6</sub> ou 3CaO.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : C<sub>3</sub>A ;

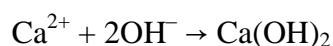
Aluminoferrite tetracalcique, Ca<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>10</sub>Fe<sub>2</sub> ou 4CaO.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : C<sub>4</sub>AF.

Les différents types de ciments sont constitués par des proportions variables de clinker, d'additions minérales (laitier de haut-fourneau, cendres volantes, fumée de silice, filler...) et de régulateur de prise (gypse de formule CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O). Le mélange de ciment et d'eau conduit à la prise et au durcissement par formation de constituants hydratés (silicates de calcium hydratés, portlandite, aluminates et sulfo-aluminates de calcium hydratés). Au cours de l'hydratation, on peut distinguer quatre phases successives :

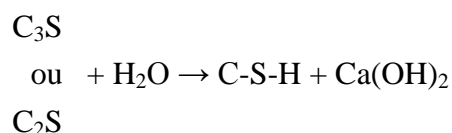
**Période de gâchage** : Cette période débute dès le contact entre l'eau et le ciment et dure quelques minutes. Le silicate tricalcique se dissout sous forme d'ions :



Ensuite, les ions interagissent entre eux et la solution devient sursaturée par rapport aux silicates de calcium hydratés noté C-S-H. En se dissolvant, le silicate tricalcique libère plus d'ions calcium et hydroxyde que le C-S-H n'en consomme, la solution s'enrichit en ces ions et devient sursaturée par rapport à l'hydroxyde de calcium qui précipite sous forme de portlandite :

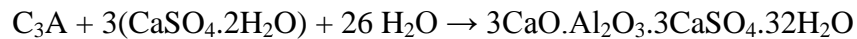


Le même enchaînement de réactions est mis en jeu dans le cas du C<sub>2</sub>S. Très sommairement, la réaction d'hydratation de C<sub>3</sub>S et de C<sub>2</sub>S est la suivante :



Ces réactions sont exothermiques et peuvent thermo-activer la réaction d'hydratation.

D'autre part, l'aluminate tricalcique est le composé du ciment le plus réactif avec l'eau. Sa réaction d'hydratation est très violente (dégage beaucoup de chaleur) et elle doit être contrôlée par le gypse. Les réactions s'effectuent en plusieurs étapes. D'abord, les aluminates réagissent avec le sulfate du gypse pour former de l'ettringite (trisulfoaluminate de calcium hydraté) selon la réaction suivante :



Cette réaction est fortement exothermique. Une couche d'hydrates vient entourer les aluminates qui forment alors une couche protectrice autour du grain. Ensuite, lorsque le gypse est épuisé, la concentration en sulfates de la solution baisse. L'ettringite devient alors instable et se dissout pour former du monosulfate de calcium hydraté de formule  $3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot CaSO_4 \cdot 12H_2O$ . Puis au bout de quelques semaines en général, l'ettringite se transforme totalement en monosulfo-aluminate. Au-delà d'un mois, les réactions se poursuivent lentement avec l'aluminate ( $C_3A$ ) et l'aluminoferrite ( $C_4AF$ ) pour former de l'aluminoferrite de calcium hydraté. Même si les séquences réactionnelles sont proches du  $C_3A$ , l'aluminoferrite tétracalcique ( $C_4AF$ ) est nettement plus lent à réagir et n'apparaît de manière significative qu'une fois que le gypse est totalement épuisé.

Le C-S-H occupe entre 50% et 60% du volume solide d'une pâte de ciment complètement hydratée. Il correspond à un gel qui influence la plupart des propriétés de la pâte et qui fait combler progressivement les interstices capillaires entre les grains. La réaction du  $C_4AF$  dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance.

**Période dormante :** Pendant cette période, le dégagement de chaleur est faible et aucune évolution de la pâte ne semble se produire. Les réactions chimiques ont pourtant commencé : des ions passent en solution dans l'eau durant cette phase (ions calcium, silicates, hydroxydes et sulfates). Quand l'eau de gâchage est saturée en ions, le début de la prise se produit. Le pH de la solution augmente, ce qui ralentit la dissolution des constituants. La durée de cette période est de quelques heures. C'est une période d'inertie thermique. L'élévation rapide du pH et de la teneur en calcium de l'eau de gâchage ralentit la dissolution des constituants.

**Période de prise ou d'accélération :** Cette période débute lorsque la concentration en ions  $Ca^{2+}$  et  $OH^-$  de la solution devient critique, la conductivité électrique de la solution étant alors à son maximum. Cette sursaturation induit la précipitation de la portlandite. Il s'ensuit alors les mécanismes de dissolution et de précipitation des différentes phases, permettant la formation des hydrates (ettringite, portlandite, C-S-H). Cette activité chimique dégage

beaucoup de chaleur. Les hydrates formés commencent à s'enchevêtrer et créent donc un solide. La fin de la période de prise est caractérisée par une accélération de l'hydratation.

**Période de durcissement :** La durée de cette période se prolonge pendant des mois au cours desquels les résistances mécaniques continuent à augmenter. Les grains anhydres se trouvent recouverts d'une couche d'hydrates qui s'épaissit de plus en plus. Pour que l'hydratation se poursuive, il faut que l'eau diffuse à travers les pores des hydrates. La chaleur dégagée diminue. Si le réseau poreux est fermé, une partie du ciment n'est jamais atteinte et donc ne sera jamais hydratée.

### I.3. Différentes catégories d'ettringite

Selon les conditions de sa formation, l'ettringite peut être expansive ou non expansive. On trouve dans la littérature plusieurs propositions de nomenclature associées aux différents types d'ettringite. Celle adoptée par le groupe de travail AFGC-RGCU GranDuBé [GranDuBé, 2007], distingue trois catégories principales d'ettringite dépendant du moment où le minéral se forme et de son processus de formation dans le béton, et qui peuvent coexister dans un même béton :

- **Ettringite de formation primaire** (précoce) qui correspond à un produit issu de l'hydratation des ciments et qui se forme dans les premiers temps par réaction entre le régulateur de prise, le gypse, avec l'aluminate tricalcique. Elle constitue l'hydrate principal à l'origine de la prise et du durcissement du matériau et elle ne provoque pas d'expansion car elle se développe au moment où le béton est toujours fluide. Elle revêt même un caractère bénéfique puisqu'elle contribue à la cohésion de la pâte de ciment au jeune âge et que sa formation s'accompagne par une diminution de la porosité et par une augmentation de la résistance mécanique du mélange.
- **Ettringite de formation secondaire** (tardive) qui se forme dans le béton durci, à la faveur de circulation d'eau dans les bétons (phénomène de dissolution/recristallisation) et de sources de sulfates externes ou internes. Cette ettringite peut générer des gonflements internes pouvant conduire à l'apparition de désordres sur les ouvrages. Dans le cas des phénomènes de dissolution/recristallisation, elle se forme par dissolution puis recristallisation de l'ettringite préexistante (ettringite primaire, ettringite de formation différée) sous forme aciculaire dans les espaces libres du béton (pores, fissures, interfaces pâte-

granulats) à partir de la solution interstitielle, et ne présente généralement pas de caractère expansif. En revanche, l'ettringite de formation secondaire consécutive à un apport externe ou interne de sulfates, est susceptible de générer des gonflements internes principalement attribués aux pressions de cristallisation. Contrairement aux faciès non expansifs, cette ettringite pathologique cristallise sous une forme massive et comprimée.

- **Ettringite de formation différée** qui se développe suite à la mise en jeu de processus complexes consécutifs à une augmentation de température au jeune âge, température au delà de laquelle l'ettringite de formation primaire ne peut se former au cours des réactions d'hydratation du ciment et/ou est décomposée. Par la suite, des cristaux d'ettringite peuvent se former, après retour à la température ambiante et en présence d'humidité, dans le béton durci, et sont ainsi susceptibles de provoquer des pressions de gonflement conduisant à des phénomènes d'expansion. La formation de ce type d'ettringite est développée en détails dans les paragraphes ci-après.

#### **I.4. L'exothermie des bétons**

Suite à l'exothermie des réactions d'hydratation du ciment Portland, un dégagement de chaleur accompagne les phases de prise et de durcissement. La quantité de chaleur dégagée dépend essentiellement de la formulation du béton, en particulier de la nature et du dosage du liant. De plus, les vitesses des réactions d'hydratation sont fortement influencées par la température (thermo-activation). À titre d'exemple, une température de 40°C au lieu de 20°C provoque une accélération par un facteur allant de 2 à 4 [LCPC, 2007].

L'élévation de température au sein d'un élément en béton dépend de l'exothermie du béton mais aussi de la géométrie des pièces, de la température initiale du matériau et des déperditions thermiques. Ainsi, le matériau, la géométrie de la pièce et les conditions aux limites sont des paramètres qui sont à la fois mis en jeu. Cette élévation de température peut provoquer des endommagements pouvant être dus notamment à des fissurations par retrait thermique gêné [Meland et al., 1997], à des altérations des propriétés mécaniques à long terme [Taylor et al., 2001] ou à des formations différées d'ettringite. Ainsi, ces endommagements peuvent faciliter les pénétrations d'eau dans le matériau et favoriser les réactions sulfatiques internes. De plus, des températures élevées modifient la nature des hydrates formés et abaissent les caractéristiques du béton à long terme par rapport au même

béton non étuvé, et en particulier la résistance en compression [Fu et al., 1995 ; Kjelssen et Detwiler, 1992]. La Figure I.1 [Klieger, 1958] montre l'influence de la température de cure sur la résistance en compression du béton. On constate qu'à court terme, un béton conservé à 30°C est plus résistant qu'un béton conservé entre 10 et 20°C, mais qu'à long terme cela s'inverse.

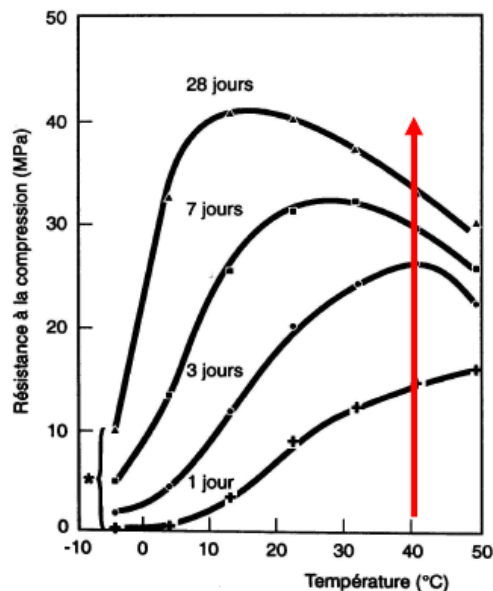


Figure I.1 : influence de la température de cure sur la résistance en compression du béton [Klieger, 1958]

## I.5. Formation différée d'ettringite

Depuis quelques années, plusieurs dégradations de certains ouvrages en béton ont été attribuées à la réaction sulfatique interne et plus précisément à la formation différée de l'ettringite.

Il s'agit d'une réaction qui se produit dans le béton durci indépendamment de tout apport de sulfate par le milieu extérieur. Contrairement aux réactions sulfatiques externes, qui provoquent une dégradation progressive du béton, de l'extérieur vers le cœur de la pièce, la RSI affecte l'ensemble du béton [Divet, 2001]. Cette pathologie relativement récente a été mise en évidence principalement sur des éléments en béton dont la température aux jeunes âges a dépassé une valeur seuil constatée généralement à environ 65°C. De telles conditions de température ont été rencontrées soit au cours d'un cycle thermique de préfabrication [Shayan et Quick, 1992 ; Mielenz et al., 1995 ; Sahu et Thaulow, 2004], soit par l'effet de

l'exothermie des réactions d'hydratation dans le cas des pièces massives en béton [Barbarulo, 2002 ; Divet et al., 2003 ; Pavoine, 2003 ; Baghdadi et al., 2008]. Par exemple, il peut s'agir de piles d'ouvrages d'art de grandes dimensions, dans lesquelles naissent du fait de la prise, des températures élevées. Ces conditions de températures peuvent aussi être rencontrées pour un échauffement tardif du béton durci comme dans le cas du stockage des déchets radioactifs [Barbarulo, 2002].

Ainsi, dans le cas de l'utilisation d'une formule de béton particulièrement sensible et après quelques années d'exposition à un environnement humide, apparaissent des désordres dont les symptômes sont similaires à ceux de l'alcali-réaction (fissurations et gonflement). Ce phénomène se manifeste par un gonflement du matériau et une fissuration de la structure. Il est en relation avec l'instabilité de l'ettringite dans certaines conditions. En effet, l'ettringite peut être instable à des températures de l'ordre de 65-70°C auxquelles elle peut soit ne pas se former, soit se décomposer. Une part des ions  $\text{SO}_4^{2-}$  résultant de la décomposition de l'ettringite est incluse dans les C-S-H. Lorsque le béton revient à la température ambiante, et en présence d'une humidité suffisante, une ettringite ayant un caractère expansif se reforme dans la pâte de ciment durcie en milieu confiné où elle engendre des pressions de cristallisation à l'origine du gonflement de la pâte de ciment et à sa fissuration [Taylor, 1997].

La Figure I.2 montre un diagramme simplifié de l'évolution des domaines de stabilité du système  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$  à 25°C, 50°C et 85°C [Divet, 2001]. On observe que, à 25°C, l'ettringite est stable pour une large gamme de concentrations en sulfates. En revanche, le monosulfate est toujours métastable par rapport aux autres assemblages. À 50°C, la diminution de la solubilité de la portlandite conduit à l'apparition du monosulfate en tant que phase stable. L'augmentation de la température à une valeur de 85°C conduit à l'extension du domaine de stabilité du monosulfate.

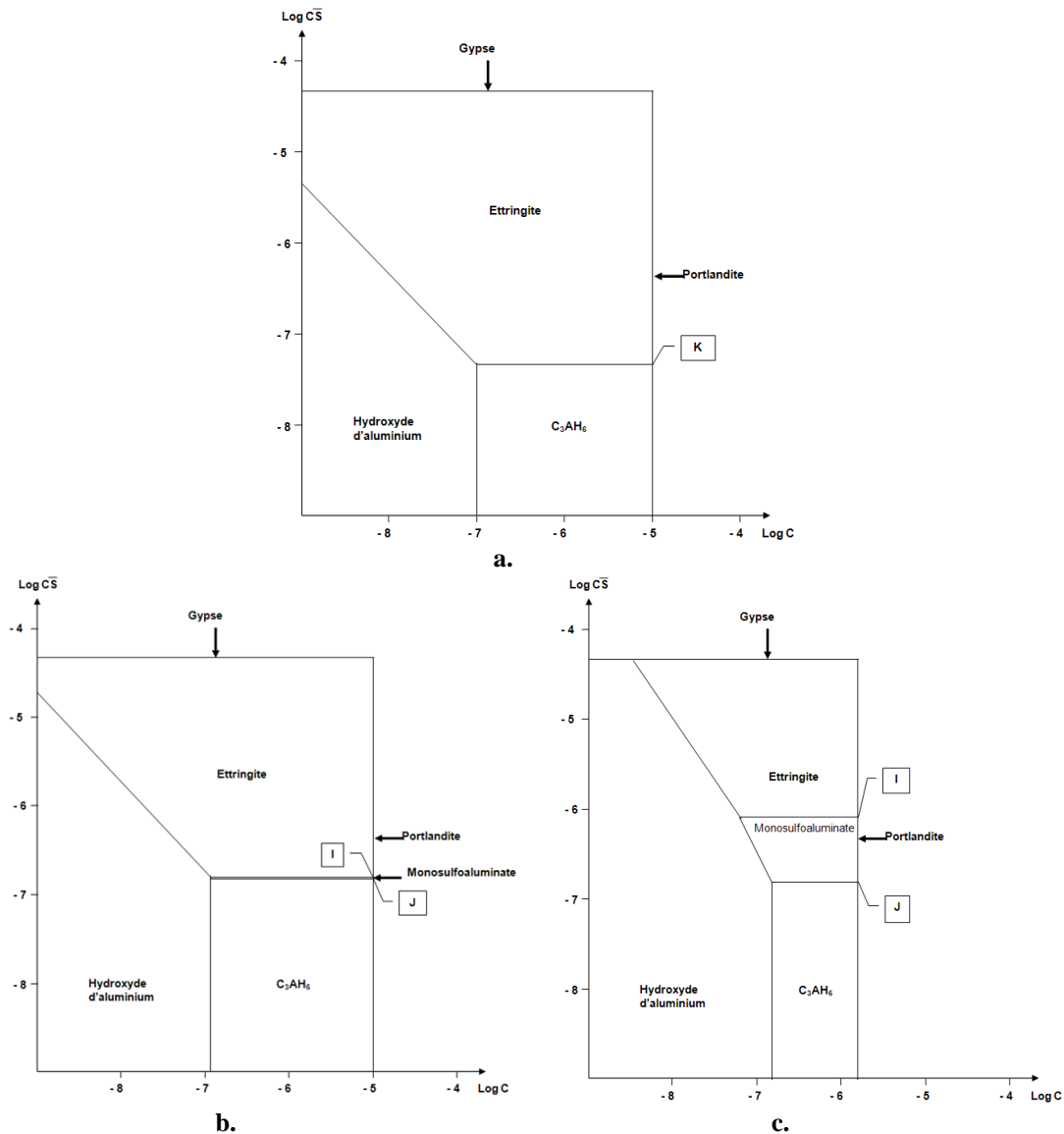


Figure I.2 : diagramme simplifié de l'évolution des domaines de stabilité du système  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-CaSO}_4\text{-H}_2\text{O}$  à 25°C (a), 50°C (b) et 85°C (c) [Divet, 2001]

Les premiers cas reconnus où la RSI était considérée comme la source principale de dégradation correspondent à des traverses de chemin de fer préfabriqués en béton ayant subi un traitement thermique, notamment en Finlande [Tepponen et Erikson, 1987], en Allemagne [Heinz et al., 1989], en ancienne Tchécoslovaquie [Vitouva, 1991], en Australie [Shayan et Quick, 1992], en Afrique du sud [Oberholster et al., 1992], aux Etats-Unis [Mielenz et al., 1995], en Suède [Sahu et Thaulow, 2004]. Les désordres sont apparus après plusieurs années d'utilisation et d'exposition à l'humidité. En effet, les mêmes traverses mises en place dans des tunnels ne présentent pas de signe d'altération. De même, la RSI a été aussi rencontrée dans des éléments en béton coulés en place, comme le cas d'un mur d'escalier de Parking aux Etats-Unis [Hime, 1996], des poutres précontraintes et des caniveaux en Grande Bretagne



[Hobbs, 2001], d'une tribune de stade aux Etats-Unis [Ozol et Strand, 2000]. En parallèle, la RSI a été également rencontrée dans des pièces critiques en béton coulées en place, notamment dans des fondations de pylône de lignes électriques aux Etats-Unis [Lawrence et al., 1999] et en Italie [Colleparidi, 1999]. L'apparition de ces désordres a eu lieu entre trois et dix ans après le coulage du béton.

En France, la découverte de la RSI est récente. Les premiers cas identifiés étaient vers la fin des années 90, et ont été principalement observés dans des pièces critiques de ponts en béton coulées en place et en périodes estivales [Divet, 2001]. Les désordres n'affectent jamais la totalité de l'ouvrage mais essentiellement les parties massives exposées à l'humidité ou à des venues d'eau. En raison de la géométrie de ces pièces, de la période de coulage (en été) et d'un fort dosage en ciment, un échauffement important du béton a été estimé.

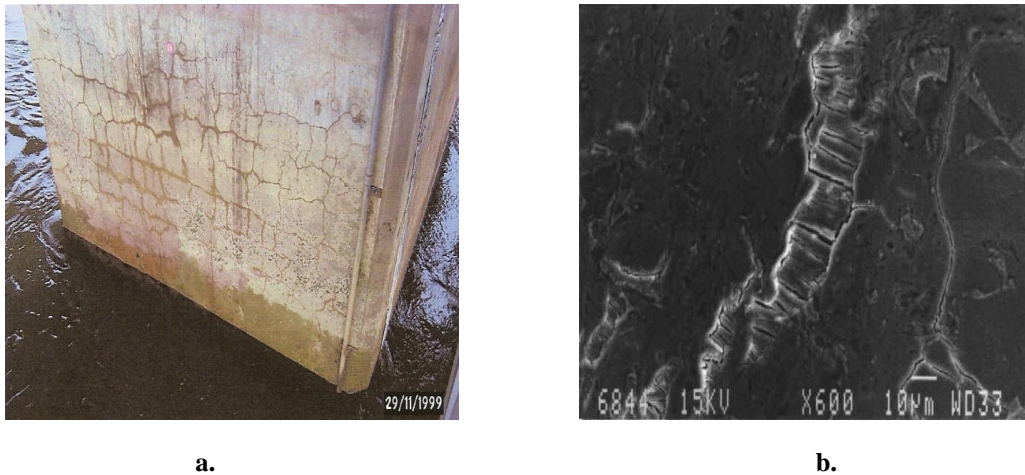
## **I.6. Manifestations des désordres dus à la formation différée d'ettringite**

La formation différée d'ettringite se traduit par le développement d'expansion entraînant des dégradations importantes au niveau de la structure.

A l'échelle de l'ouvrage, elle se manifeste par le développement d'un réseau de fissures multidirectionnelles, généralement localisé dans les parties de l'ouvrage situées dans des zones d'humidité élevée. L'ouverture des fissures peut aller de quelques dixièmes de millimètres à quelques millimètres, et elle présente parfois des orientations préférentielles en fonction de la distribution des armatures. La Figure I.3 [Divet et al., 2003] fournit l'exemple d'une pile de pont en contact avec l'eau, dégradée par la RSI. Le type des symptômes visuels présente une certaine analogie avec ceux provoqués par l'alcali-réaction.

A l'échelle microscopique, la formation différée d'ettringite se traduit essentiellement par trois étapes successives. Tout d'abord, un enrichissement de la pâte de ciment en aluminium et en soufre est mis en évidence. Ces éléments, piégés par les C-S-H, proviennent de la décomposition de l'ettringite, ou correspondent à la formation de nanocristaux de monosulfoaluminates aux températures élevées [Taylor et al., 2001]. Ensuite, une ettringite d'aspect massif et mal cristallisée se précipite dans de petites cavités de 5 à 25  $\mu\text{m}$  de dimensions moyennes, nommées grains de Hadley [Hadley et al., 2000] et provenant de la dissolution de grains de ciment aux premiers stades de l'hydratation. Selon Brunetaud [Brunetaud, 2005], c'est dans les grains de Hadley que se manifestent les premiers signes de

la formation différée d'ettringite. Enfin, l'ettringite secondaire se présente sous forme de veines issues d'une recristallisation dans les fissures ou sous forme de dépôts remplissant plus ou moins les vides autour des granulats déchaussés sous l'effet du gonflement homogène de la pâte de ciment. La recristallisation dans les fissures conduit à un aspect très particulier où les cristaux apparaissent souvent disposés parallèlement les uns par rapport aux autres et orientés perpendiculairement aux lèvres des fissures.



**Figure I.3 : manifestations de la RSI : réseau de fissures (a) (échelle macroscopique), veine d'ettringite de formation différée (b) (échelle microscopique)**

## **I.7. Paramètres influençant la RSI**

Plusieurs facteurs doivent coexister pour que les conditions permettant la formation différée de l'ettringite soient réunies. Ainsi, la conjonction de ces facteurs est indispensable pour amorcer et développer la RSI, ce qui explique vraisemblablement le faible nombre d'ouvrages recensés comme étant atteints par la RSI. Ceci peut également expliquer l'existence de plusieurs contradictions dans les résultats des différentes études menées sur l'impact de ces paramètres, compte tenu de la difficulté de la réalisation de plans d'expérience complets. Ces paramètres peuvent être regroupés dans quatre catégories :

- Paramètres liés aux conditions thermiques aux jeunes âges
- Paramètres liés au ciment
- Paramètres liés à la formulation du béton
- Paramètres liés à l'environnement de conservation

### I.7.1. Conditions thermiques aux jeunes âges

Comme évoqué précédemment, un échauffement excessif du béton aux très jeunes âges, que ce soit du fait de l'exothermie naturelle ou d'un traitement thermique, peut dans certains cas favoriser le développement de la réaction sulfatique interne.

#### I.7.1.1. Bétons traités thermiquement

Le traitement thermique appliqué dans l'industrie aux processus de fabrication du béton, afin de lui conférer des performances mécaniques accrues au jeune âge, comporte quatre phases caractérisées chacune par sa durée et la température que doit avoir le béton (Figure I.4).

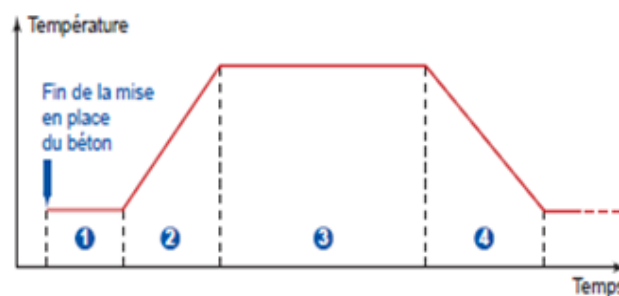


Figure I.4 : différentes phases d'un cycle thermique appliqué à un béton [Divet, 2001]

1. **Période de préprise (ou de prétraitement)** : durant cette phase, la température est maintenue constante (souvent égale à la température ambiante). Sa durée varie généralement entre 0 et 4 heures et dépend de plusieurs paramètres. En effet, elle augmente essentiellement avec la vitesse de montée en température, ainsi que lorsque la prise du béton est lente. Cette phase est destinée à procurer au béton une cohésion suffisante pour qu'il puisse absorber les efforts internes occasionnés par la dilatation thermique de ses constituants, en particulier l'eau et l'air, au moment de l'élévation en température.
2. **Période de montée de température** : pendant cette phase, la température augmente avec une vitesse constante ne devant pas dépasser généralement 30°C/heure. Le béton absorbe durant cette période toutes les contraintes développées par les dilatations thermiques différentielles de ses constituants.

3. **Période isotherme** : au cours de cette phase, la température est maintenue constante. Le choix de cette température, ainsi que de sa durée de maintien dépend des propriétés mécaniques souhaitées pour le béton. La durée du palier dépend également de la température du palier (généralement comprise entre une et trois heures pour 85°C, quatre et douze heures pour 65°C). Il faut s'assurer durant cette phase que les températures entre les différents points des grands éléments ou entre les différents produits soumis au même traitement, restent proches et homogènes pour obtenir de niveaux de résistances identiques et éviter les conséquences néfastes des dilatations différentielles.
4. **Phase de refroidissement** : Au cours de cette phase, la température décroît pour atteindre de nouveau sa valeur initiale (température ambiante). Il est préférable que la vitesse de refroidissement soit inférieure à 10°C/heure pour éviter un gradient de température entre la surface de l'élément et son cœur. En effet, un gradient de valeur supérieure à 15°C produit des fissurations dans le béton.

#### **I.7.1.2. Bétons de grande masse**

Lorsque les éléments de béton sont relativement peu volumineux, et que les pertes thermiques vers l'extérieur sont importantes, l'élévation de la température au cœur d'une pièce de béton reste limitée. Par contre, dans le cas d'une pièce de béton volumineuse et en partie confinée, la chaleur générée par l'hydratation du ciment ne sera que très partiellement dégagée vers l'extérieur et produira une élévation importante de la température du béton pouvant atteindre des valeurs proches de celles appliquées lors d'un traitement thermique [Hobbs, 1999 ; Divet, 2001 ; Divet et Pavoine, 2002 ; Barbarulo, 2002 ; Pavoine, 2003 ; Petrov, 2003 ; Baghdadi, 2008 ; Boenig et al., 2009]. La température n'est cependant jamais uniforme au sein des pièces. En effet, des gradients élevés entre le cœur et la peau de la pièce peuvent être présents (Figure I.5).

Cette élévation peut aussi être favorisée dans le cas d'une fabrication en période estivale, d'une utilisation de ciment à prise rapide et d'un coulage en une seule phase. Elle peut durer des dizaines de jours, au contraire du cas de traitement thermique pendant lequel la durée de la phase de palier est de l'ordre de quelques heures. Des fissurations peuvent être engendrées dans le béton à cause des contraintes développées suite à la différence de retrait entre le béton de surface hydraté à la température ambiante et celui du cœur hydraté à une température beaucoup plus élevée [Divet et al., 1998].

Plusieurs cas apparents de RSI dans des pièces de béton critiques non traitées thermiquement, ont été détectés. Ces attaques sulfatiques se caractérisent par les mêmes aspects minéralogiques que dans le cas des bétons traités thermiquement.

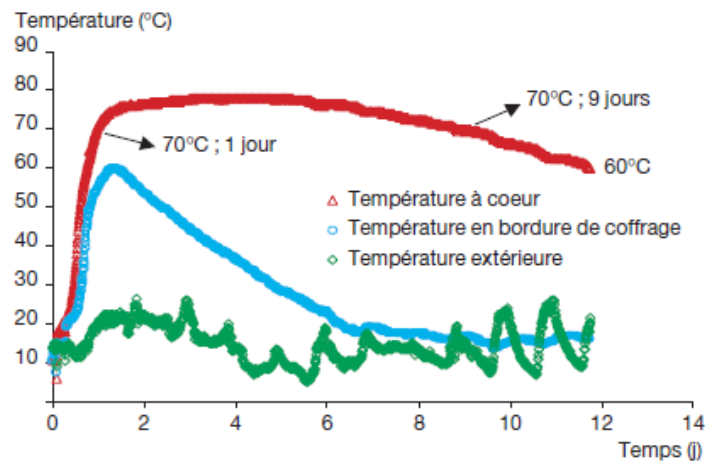
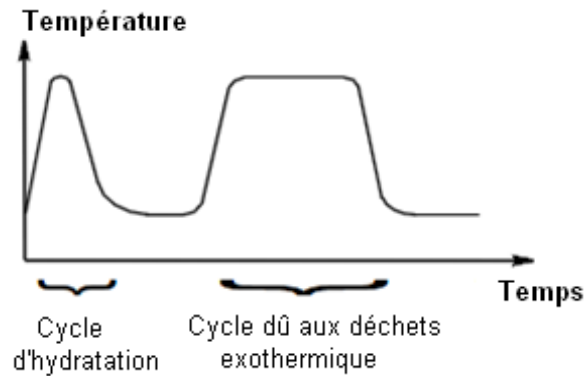


Figure I.5 : exemple d'enregistrement des températures d'un béton d'une pièce massive [Divet, 2002]

### I.7.1.3. Echauffement à long terme

Quelques phénomènes peuvent provoquer un échauffement tardif du béton. À titre d'exemple, la mise en place de déchets exothermiques dans un site de stockage de déchets pourrait élever la température ambiante du site à des valeurs proches de 85°C. Ainsi, la température du béton sur le site peut évoluer et être relativement élevée. Le béton subira deux cycles de température. La Figure I.6, représente les évolutions thermiques auxquelles pourraient être soumis les matériaux cimentaires en situation de stockage profond [Barbarulo, 2002]. Le premier cycle est dû à la chaleur d'hydratation du ciment, et le second est induit par la mise en place de déchets exothermiques à proximité du site de stockage.



**Figure I.6 : cycles thermiques subis par un béton situé en stockage profond [Barbarulo, 2002]**

#### **I.7.1.4. Température et durée de maintien**

Plusieurs études ont été réalisées dans le but de connaître l'influence des différents paramètres intervenant dans le traitement thermique sur le développement de la réaction sulfatique interne. Celles réalisées par plusieurs auteurs [Famy, 1999 ; Kelham, 1999 ; Scrivener et Lewis, 1999 ; Brunetaud, 2005 ; Escadeillas et al., 2007] ont montré que la température de cure appliquée au matériau ainsi que le moment et la durée de son application sont des facteurs essentiels pour le déclenchement de la RSI.

Ainsi, de nombreuses recherches ont été dirigées depuis longtemps vers la détermination de la température seuil, à partir de laquelle un risque d'apparition de la RSI est prévu. Il est aujourd'hui observé par plusieurs chercheurs que le développement d'une RSI dans un matériau cimentaire nécessite une hydratation de ce dernier à une température supérieure à environ 70°C [Odler et Chen, 1995 ; Fu, 1996 ; Famy, 1999 ; Yang et al., 1999 ; Kelham, 1999 ; Lawrence, 1999]. Mais cette température reste toujours dépendante de la durée de la phase de palier [Pavoine, 2003]. D'autres auteurs ont remarqué des dégradations dues à la RSI dans des traverses de chemin de fer, bien que le traitement thermique ait été réalisé à une température ne dépassant pas 60°C [Sahu et Thaulow, 2004]. Cela vient d'autres conditions favorables (ciment à forte teneur en alcalins, en sulfates et en C<sub>3</sub>S, béton avec un faible rapport E/C et une forte teneur en ciment). Aucune expansion n'est observée, même après 6 ans, dans le cas d'une hydratation à une température ambiante [Lawrence, 1995]. De plus, l'expansion développée dans les mortiers et les bétons est d'autant plus importante que la température du palier est élevée.

De même, la durée de la phase de prétraitement semble modifier les expansions finales observées ainsi que la température minimale critique déclenchant la RSI. Fu et al.

[Fu et al, 1997] ont montré que l'expansion du béton est d'autant plus faible que la durée de la phase de prétraitement est longue. En effet, une pré-cure à 80°C de 5 heures au lieu de 1 heure semble diminuer l'expansion dans le béton après 200 jours de 1 à 0,2%.

Dans sa thèse, Brunetaud [Brunetaud, 2005] a réalisé une étude par plan d'expériences en combinant plusieurs paramètres d'influence, dont la température et la durée du palier. Il a obtenu des résultats montrant que, pour des durées de traitement thermique de quelques jours, plus la température et la durée du palier de l'échauffement sont élevées, plus les risques liés au gonflement sont importants. Le maximum d'expansion est obtenu pour un échauffement de 50 heures à 85°C. Les échauffements de deux et six heures n'ont jamais généré de gonflement important. La littérature ne mentionne généralement que l'effet de la température maximale atteinte pendant l'échauffement sur la RSI et l'effet de la durée d'échauffement est peu étudié. La température seuil généralement admise est supérieure à 65°C. Les résultats de Brunetaud ont montré que dans le cas général, ce seuil est respecté, sauf pour un échauffement de 10 jours et une teneur en alcalins de 1%. Cela provient du fait que la durée de maintien de cette température est rarement étudiée pour des valeurs aussi importantes que 10 jours. En règle générale, comme le couplage entre la durée et la température est d'importance majeure, la température seuil dépend fortement de la durée d'application de cette température.

Barbarulo [Barbarulo, 2002] a réalisé sur des mortiers un cycle thermique (85°C à la vapeur pendant un mois), un an après leur fabrication. Ce cycle tardif a été appliqué aux mortiers qui ont subi ou non une montée en température lors de leur hydratation. Les résultats ont permis de constater que l'aspect des mortiers ayant gonflé suite au cycle tardif est identique à celui des mortiers ayant gonflé suite à un cycle thermique pendant l'hydratation. Il remarque également des expansions sur des mortiers ayant déjà subi des expansions dues à une attaque sulfatique interne et sur des mortiers bien hydratés et n'ayant jamais subi d'attaque sulfatique interne. Cela montre que les caractéristiques minéralogiques des mortiers ayant gonflé sont identiques, indépendamment du type de cycle appliqué. Ainsi, l'attaque sulfatique interne n'est pas uniquement un phénomène lié à l'hydratation du ciment à haute température, et un cycle thermique long sur matériau âgé peut engendrer des expansions différées.

Enfin, notons que les deux phases de montée et de descente en température n'ont aucun impact significatif dans les mécanismes associés à la RSI, mais elles jouent seulement un rôle dans la formation des fissures (lorsque les vitesses de variation de la température sont importantes).

### I.7.1.5. Recommandations

Nous abordons dans le Tableau I.1 les différentes recommandations et règles professionnelles pour la réalisation des traitements thermiques, visant à déterminer les valeurs seuils acceptables pour les deux paramètres principaux, température et durée de palier [Divet, 2001]. En général, ces règles sont restrictives par mesure de sécurité.

Température et durée de la période d'attente	Vitesse de montée en température (°C/heure)	Température maximale critique (°C)	Références
30°C, 3 heures	< 20	60	ENV 206 (1990)
<u>Environnement sec</u> : 30°C, 3 heures <u>Environnement humide</u> : 40°C, 4 heures	< 20	<u>Environnement sec</u> : 80 <u>Environnement humide</u> : 60	Comité allemand pour le béton armé (1989)
T° ambiante, 4 heures	< 20	70	Ministère anglais des transports Lawrence et al. (1990)
30°C, 3 heures	< 20	60, si SO3 ciment < 2% 55, si SO3 ciment < 3% 50, si SO3 ciment < 4%	Pr EN 13 230-1 (1998)
38°C, 2 heures	< 14	66	Etat d'Iowa, Meritt & Johnson (1962)

**Tableau I.1 : recommandations pour la réalisation des traitements thermiques [Divet, 2001]**

D'autre part, des recommandations concernant la réaction sulfatique interne sont prises en compte dans la norme NF EN 13369 intitulée « Règles communes pour les produits préfabriqués en béton », en prenant en considération les conditions environnementales (sec ou humide) et reposant sur la température maximale du traitement thermique. La RSI est également prise en compte dans certaines normes de produits préfabriqués telles que la norme NF EN 13230, qui précise les modalités à respecter en termes de traitement thermique de manière à éviter la détérioration des conduits de canalisations préfabriqués à base de ciment par la RSI.

En parallèle, le LCPC apporte des recommandations [LCPC, 2007] concernant ces deux paramètres (température et durée de palier). On distingue quatre niveaux de prévention



associés aux ouvrages d'art désignés par les lettres As, Bs, Cs et Ds. Celles-ci sont fonction de la catégorie de l'ouvrage qui est représentative du niveau du risque vis-vis de la réaction sulfatique interne que l'on est prêt à accepter pour un ouvrage donné (conséquences faibles ou acceptables, conséquences peu tolérables, conséquences inacceptables ou quasi acceptables), et de la classe d'exposition qui précise les descriptions environnementales dans lesquelles l'ouvrage est conditionné. À chacun des quatre niveaux de prévention As, Bs, Cs, Ds correspond un type de précaution à appliquer. Le principe de prévention repose essentiellement sur la limitation de l'échauffement du béton caractérisé par la température maximale susceptible d'être atteinte au sein de l'ouvrage et, le cas échéant, par la durée de maintien d'une température élevée.

Pour le niveau de prévention As, il est recommandé que la température maximale susceptible d'être atteinte au sein de l'ouvrage soit toujours inférieure à 85°C. Dans le cas d'un traitement thermique maîtrisé (réalisé en usine de préfabrication ou dans des installations adéquates sur chantier), un dépassement de la température 85°C est autorisé jusqu'à 90°C, à condition que la durée pendant laquelle la température dépasse 85°C soit limitée à 4 heures. Pour le niveau de prévention Bs, la température maximale atteinte dans le béton doit rester inférieure à 75°C. Si cette température ne peut rester inférieure à 75°C, alors elle doit rester inférieure à 85°C en respectant d'autres conditions concernant la composition du ciment. Pour le niveau de prévention Cs, la température maximale doit rester inférieure à 70°C. Sinon, elle doit rester inférieure à 80°C avec d'autres conditions qui doivent être respectées. Le même raisonnement est appliqué pour le niveau Ds, avec des températures seuils de 65°C et 75°C.

D'autre part, la température maximale autorisée d'un béton préfabriqué en Allemagne [GCRC, 1989] et au Canada [CSA, 2000] est 60°C lorsqu'il sera exposé à des conditions humides et 70°C lorsqu'il sera dans un milieu sec. De même, le comité européen de standardisation (ECSC) précise une température maximale moyenne du béton dans les pièces préfabriquées limitée à 60°C, en précisant qu'elle ne doit dépasser 65°C au cours de l'hydratation dans aucun élément, notamment lorsque le béton est exposé à un environnement humide.

### **I.7.2. Paramètres liés au ciment**

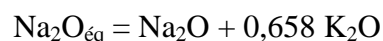
Les expériences menées par des nombreuses études ont montré que l'expansion des bétons et des mortiers due à la RSI dépend fortement des caractéristiques du ciment utilisé. Les résultats de quelques études concernant ces paramètres sont traités ci-après.

### **I.7.2.1. Teneur en sulfates et en aluminates**

Les gonflements engendrés par la formation différée d'ettringite sont fortement liés aux teneurs en sulfates et en aluminates dans le ciment. Certains auteurs relient l'évaluation de potentiel expansif du béton au rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  du ciment. Day [Day, 1992] montre que dans certains traitements thermiques et conditions d'exposition, un rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  supérieur à 0,7 peut engendrer une formation différée d'ettringite. Cela est confirmé par Zhang [Zhang et al., 2002] qui a montré en utilisant les résultats apportés par les études de Fu et de Famy [Fu et al., 1997 ; Famy, 1999], que le seuil critique du rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  est 0,8 et que l'expansion atteinte semble passer par un maximum pour une valeur de ce rapport égale à 1,1. D'autres auteurs utilisent le rapport  $(\text{SO}_3)^2/\text{Al}_2\text{O}_3$  pour déterminer l'amplitude de l'expansion. Selon Heinz et al. [Heinz et al., 1989], des ciments ayant un rapport  $(\text{SO}_3)^2/\text{Al}_2\text{O}_3$  inférieur à 2 ne sont pas sujets à la formation différée d'ettringite, en prenant en compte la quantité d'alumine contenue uniquement dans l'aluminate tricalcique. Par contre, Odler et Chen [Odler et Chen, 1995] trouvent que ces rapports n'ont pas un impact important sur l'expansion du matériau, et ils constatent essentiellement une accentuation du gonflement en relation avec l'augmentation des concentrations à la fois des aluminates et des sulfates du ciment. En effet, ils estiment que la plupart des cas d'expansions observés concernent des ciments riches en  $\text{C}_3\text{A}$  (supérieur à 10%) et en  $\text{SO}_3$  (supérieur à 3%). Enfin, Leklou [Leklou, 2008] montre que la teneur en  $\text{C}_3\text{A}$  ne semble pas être un facteur limitant et que la RSI peut, sous certaines conditions, se développer dans des ciments à faible teneur en  $\text{C}_3\text{A}$ .

### **I.7.2.2. Teneur en alcalins**

L'expansion d'un matériau cimentaire, due à la RSI, dépend fortement de sa teneur en alcalins [Lewis et al., 1995]. En effet, l'utilisation de ciments contenant des teneurs en alcalins élevées, combinée à l'effet de la température, conduit à un retard dans la formation de l'ettringite d'hydratation précoce et à une augmentation de sa solubilité [Divet, 2001]. La présence des alcalins dans le ciment est souvent exprimée selon la teneur en alcalins équivalente  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{éq}}$  :



Selon plusieurs auteurs [Heinz et al., 1999 ; Hime et Marusin, 1999], l'utilisation d'un ciment ayant une teneur en alcalins supérieure à 1%, augmente les risques vis-à-vis de la RSI. L'augmentation des valeurs finales d'expansion avec la teneur en alcalins a été également confirmée par les travaux de Kelham [Kelham, 1996] réalisés sur des pâtes de ciment dans

lesquelles il ajoute du KOH et du  $K_2SO_4$ , et par ceux de Escadeillas [Escadeillas et al, 2007] réalisées sur des éprouvettes de mortiers dopés en  $Na_2SO_4$ .

Le mécanisme supposé est qu'au cours de l'hydratation du ciment, la présence des alcalins favorise le processus d'absorption des ions sulfates par les C-S-H [Divet, 2001].

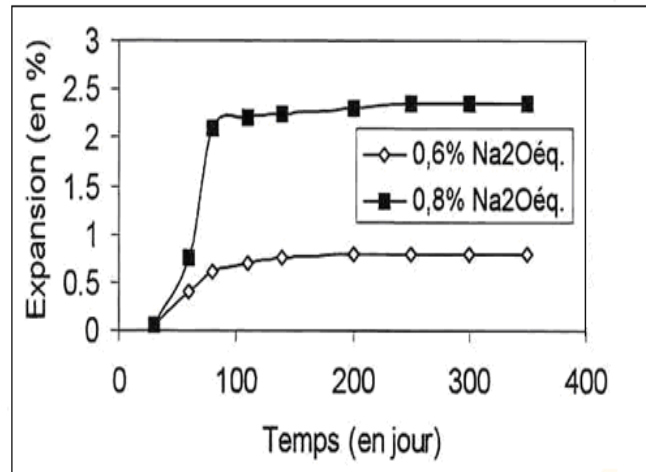


Figure I.7 : effet de la teneur en alcalins sur l'expansion de mortiers par la RSI [Lewis et al., 1995]

Zhang [Zhang et al., 2002] propose un indice « DEF index » dépendant seulement de la composition du ciment, à partir duquel il étudie le risque vis-à-vis de la RSI :

$$\text{DEF index} = (\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3)_m \times [(\text{SO}_3 + \text{C}_3\text{A})_w/10] \times \sqrt{\text{Na}_2\text{O}}$$

$(\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3)_m$  est le rapport molaire entre la teneur en  $\text{SO}_3$  et celle de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dans le ciment,  $(\text{SO}_3+\text{C}_3\text{A})_w$  est le pourcentage en poids combiné de  $\text{SO}_3$  et de  $\text{C}_3\text{A}$  dans le ciment, et  $\text{Na}_2\text{O}$  est le pourcentage en poids de  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{éq}}$  dans le ciment. Selon l'auteur, pour qu'un ciment présente des expansions dues à la RSI, il faut que le DEF index soit supérieur à 1,1. De plus le rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  est le facteur le plus important. En effet, aucune expansion n'est observée pour un rapport inférieur à 0,8.

En revanche, cette étude a été réalisée dans certaines conditions d'élévation de température au jeune âge, et d'exposition à des hautes humidités à des âges plus tardifs (échauffement à  $85^\circ\text{C}$  et une conservation à 100% d'humidité). Cette explication n'est donc pas forcément applicable dans d'autres conditions. En effet, la valeur seuil est de 0,5 au lieu de 1,1 dans le cas de bétons conservés dans l'eau. De plus, dans les travaux d'Escadeillas et al. [Escadeillas et al., 2007], des mortiers fabriqués avec des ciments ayant un indice égal à 1,5 ne présentent

pas d'expansion. Ils prouvent également que la nature du sulfate est un facteur très important dans le développement de la RSI. Aucune expansion n'est observée pour les mortiers contenant des sulfates de calcium, contrairement à ceux contenant des sulfates de sodium.

Selon Brunetaud [Brunetaud, 2005], les alcalins agissent de la même façon que la température ou la durée de l'échauffement, mais de manière moins brutale. L'ajout de KOH à l'eau de gâchage est de moindre importance qu'une élévation de la température d'échauffement de 65 à 85°C par exemple, mais reste tout de même capable de déclencher une réaction tout à fait significative.

Par conséquent, ces paramètres semblent être primordiaux dans le développement de l'ettringite différée et dans l'intensité du gonflement. Par contre, il n'existe pas de teneurs critiques en alcalins, en sulfates et en aluminates qui soient parfaitement établies et validées.

De plus, quelques études ont trouvé un lien entre la RSI et le lessivage des alcalins, et ont montré que plus les conditions sont favorables au lessivage rapide des alcalins, plus les expansions démarrent précocement. Leklou [Leklou, 2008] observe que des mortiers ayant subi un cycle de renouvellement de l'eau de conservation développent des expansions plus rapidement que des mortiers ayant été immergés continuellement dans la même eau de conservation. De plus, conserver des mortiers immergés dans une solution de NaOH avant le démarrage de l'accélération des expansions conduit à un ralentissement des expansions. Famy [Famy et al., 2001] a conservé de manière continue et immédiatement après la fin du traitement thermique, des éprouvettes de mortiers dans des solutions de KOH. Ces solutions ont des concentrations voisines de celles mesurées dans la solution interstitielle de ses mortiers : son objectif était de maintenir ses mortiers à l'équilibre et d'éviter ainsi le lessivage des alcalins. Elle montre que la présence de KOH a pu conduire à une diminution de gonflements (Figure I.8).

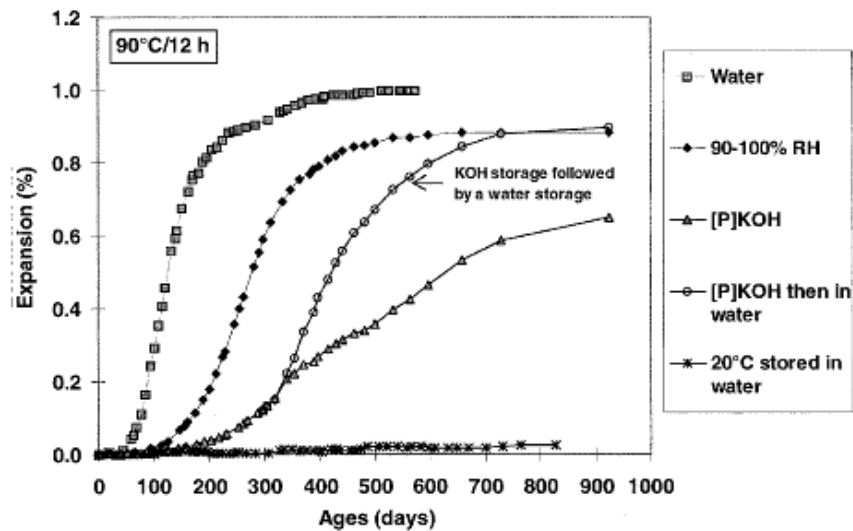


Figure I.8 : effet des conditions de conservation sur l'expansion de mortiers traités à 90°C durant 12h [Famy et al., 2001]

### I.7.2.3. Les additions minérales

Peu d'études ont porté sur l'influence des additions minérales sur la formation différée d'ettringite. Les travaux apportés par certains auteurs [Kelham, 1996 ; Lawrence, 1999] montrent que l'expansion développée par la RSI est réduite dans le cas d'addition d'une quantité appropriée de laitiers de hauts fourneaux ou de cendres volantes. De plus, Ramlochan et al. [Ramlochan et al., 2003] ont étudié l'effet des fumées de silice, du métakaolin, des cendres volantes et du laitier de hauts fourneaux sur l'apparition de la RSI. Ils constatent que l'addition d'une quantité supérieure à 8% de la fumée de silice en substitution du ciment conduit à un retard dans l'apparition de l'expansion due à la RSI à cause de la faible perméabilité dans les mortiers due à la fumée de silice, et donc ne permet pas de contrôler l'expansion à long terme. De plus, l'addition de 8% de métakaolin, contenant une forte teneur en  $Al_2O_3$ , permet de supprimer l'expansion à long terme liée à la RSI. En ce qui concerne les cendres volantes, la quantité nécessaire pour la suppression de l'expansion dépend de leur composition. En effet, une faible concentration en chaux dans les cendres volantes rend celles-ci plus efficaces avec de faibles taux de substitution, tandis que les cendres volantes avec une forte concentration en sulfates semblent être plus efficaces à des forts taux de substitution. Enfin, pour les laitiers de hauts fourneaux, un taux de substitution de 25% est nécessaire pour supprimer l'expansion à long terme.

L'étude de [Silva et al., 2010] montre également que l'influence des additions dépend du type de celles-ci aussi bien que de la teneur en matière ajoutée. Ces auteurs mettent en évidence

une diminution voire une suppression des gonflements lors de l'ajout des différentes additions (cendres volantes, métakaolin, fumée de silice, laitier de hauts fourneaux), à l'exception des fillers calcaires pour lesquels l'expansion atteinte semble être doublée (Figure I.9). De plus, il apparaît que le taux de remplacement (% massique) à partir duquel la réduction de l'expansion est efficace est de 15% pour les cendres volantes, 10% pour le métakaolin, 40% pour le laitier de hauts fourneaux et 10% pour les fumées de silice. L'effet du filler calcaire est expliqué par ces auteurs par son rôle d'une part, de rendre la pâte de ciment plus dense et ainsi d'accélérer les réactions d'hydratation et d'activer les réactions pathogènes. D'autre part, le filler calcaire ne serait pas un composé complètement inerte, mais qu'il intervienne dans l'hydratation de l'aluminate tricalcique. Cependant, les auteurs suggèrent que ces hypothèses sont insuffisantes et que des travaux supplémentaires sont nécessaires.

L'action de ces additions peut provenir de l'apport en aluminates qu'elles constituent d'une part, et de la diminution de la chaleur d'hydratation qu'elles permettent d'autre part. Ces additions ont souvent pour effet de densifier la structure de la pâte de ciment, limitant ainsi les possibilités d'échanges ioniques favorables à la précipitation d'ettringite. De plus, l'ajout des additions minérales a un effet diluant sur les alcalins, les  $C_3A$  et les  $SO_3$ . Cela conduit à une diminution de l'alcalinité de la solution interstitielle du béton due à la réaction pouzzolanique et à une réduction de la teneur en portlandite. La structure des C-S-H est ainsi modifiée.

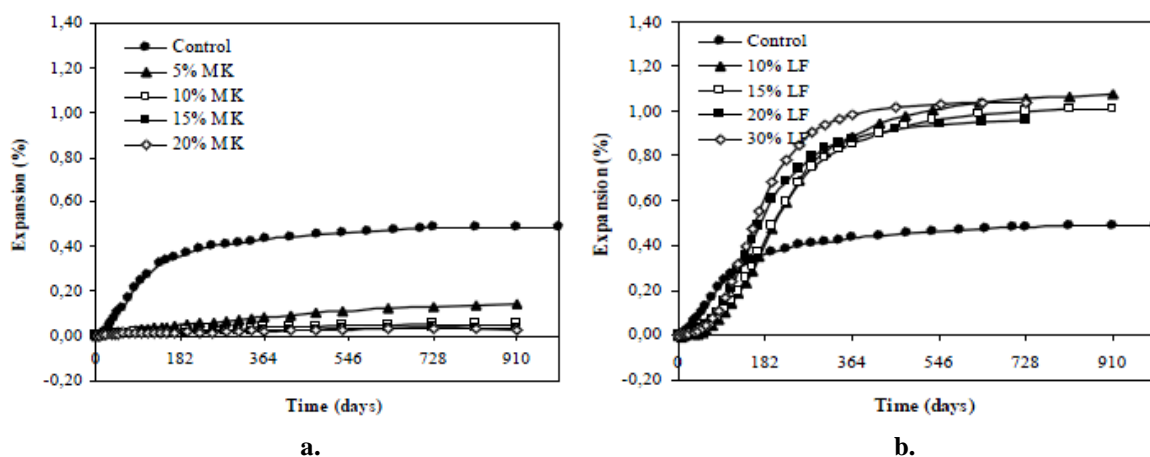


Figure I.9 : effet des additions minérales sur la RSI : cas du métakaolin (a), cas de fillers calcaires (b) [Silva et al., 2010]

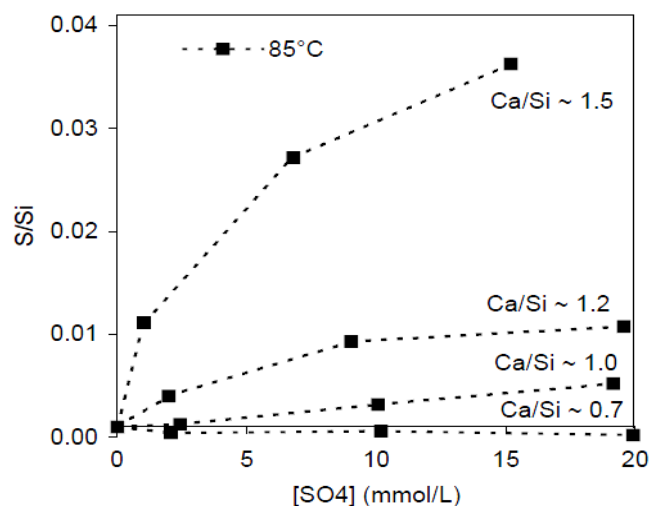
#### I.7.2.4. La finesse du ciment

Quelques travaux montrent des corrélations entre la formation différée d'ettringite et la finesse du ciment. Ainsi, l'expansion du béton vis-à-vis de la RSI augmente avec la surface

spécifique du ciment [Kelham, 1996 ; Fu et al., 1997 ; Heinz et al., 1999], avec une relation semblant linéaire entre ces deux paramètres [Kelham, 1996]. Ce constat peut être lié à l'élévation de température au cours de l'hydratation d'une poudre dont la réactivité est accrue par un broyage plus fin [Pavoine, 2003].

### I.7.2.5. Recommandations

Dans le contexte réglementaire, les recommandations apportées par le guide technique du LCPC [LCPC, 2007] suggèrent que dans le cas de bétons coulés en place pour la réalisation de pièces critiques, il est souhaitable d'utiliser des ciments courants à faible chaleur d'hydratation conformes à la norme NF EN 197-1 Amendement A1 (notation LH), tels que des ciments contenant des additions minérales de types CEM II, III, IV et V. La résistance des bétons vis-à-vis de la RSI devrait être améliorée dans le cas de l'utilisation de laitiers de haut fourneau ou de cendres volantes. En effet, ces additions font diminuer la quantité d'aluminates provenant du clinker, modifient la nature et la texture des hydrates et réduisent la quantité de sulfates dans le béton. Selon Barbarulo [Barbarulo, 2002], la capacité de sorption des ions sulfates sur les C-S-H augmente avec le rapport Ca/Si des C-S-H (Figure I.10). L'ajout des additions minérales, notamment le laitier et les cendres volantes, fait diminuer ce rapport de 1,5 (pour un ciment Portland) à une valeur proche de 1. Cela est ainsi l'origine d'une diminution dans la capacité de sorption des ions sulfates par les C-S-H, conduisant à une réduction dans la formation d'ettringite.



**Figure I.10 : sulfate fixé dans la phase solide (rapport S/Si) en fonction de la concentration en sulfates en solution à 85°C, et pour des C-S-H de différents rapports Ca/Si [Barbarulo, 2002]**

### **I.7.3. Paramètres liés au béton**

La formulation du béton joue un rôle extrêmement important dans l'attaque sulfatique interne. Parmi les paramètres les plus importants, on peut relever les caractéristiques des granulats, le rapport E/C, la préexistence de fissures et le dosage en ciment.

#### **I.7.3.1. Les granulats**

Les caractéristiques des granulats utilisés dans les mortiers et les bétons, notamment la nature et la taille, jouent un rôle important sur les expansions induites par la RSI.

Les études de [Heinz et al., 1999 ; Yang et al., 1999] tendent à montrer que l'utilisation de granulats calcaires permet la suppression des gonflements. Pour d'autres auteurs, l'utilisation de granulats calcaires diminue considérablement les cinétiques de gonflement par rapport à l'utilisation de granulats siliceux [Lawrence, 1999 ; Brunetaud, 2005]. Les résultats de Grattan-Bellew et al. [Grattan-Bellew et al., 1998] tendent à montrer qu'une formulation avec des granulats siliceux, surtout le quartz, présente des gonflements plus importants que celle avec des granulats calcaires (Figure I.11). En effet, les caractéristiques des auréoles de transition développées dans le béton sur les interfaces entre la pâte de ciment et le granulat, dépendent fortement de la nature minéralogique de ce dernier. Cette auréole se distingue de la pâte de ciment par la nature des hydrates formés, et a un rôle déterminant sur les caractéristiques mécaniques et les propriétés de transfert du béton. Sa porosité est plus élevée que celle du reste de la pâte. L'utilisation d'un granulat siliceux rend cette zone fortement poreuse et fragile, du fait que son interaction avec la pâte de ciment se produit à travers la couche de portlandite. Par contre, une réaction du granulat calcaire avec le ciment se fait lors de l'hydratation et n'a aucun effet expansif. La surface rugueuse de ce type de granulat réagit avec le ciment en produisant une zone de transition plus dense que dans le cas du quartz. En effet, les carboaluminates de calcium hydratés, issues de cette réaction renforcent l'auréole de transition et diminuent sa porosité. Une porosité plus élevée de la zone de transition doit accélérer les transports de matières de sorte que l'ettringite tardive se forme préférentiellement dans cette zone et peut donc être le chemin préférentiel pour la perméabilité de l'ensemble du béton, un facteur qui contrôle fortement le taux de dégradation de ce dernier.

De plus, les déformations thermiques de la pâte de ciment sont empêchées par les granulats, suite à l'écart entre leurs coefficients de dilatation thermique. Cela génère des microfissurations dans la pâte surtout lors d'un refroidissement rapide suite, par exemple, à un



traitement thermique dans le cas des bétons préfabriqués. Des granulats ayant des coefficients de dilatation élevés peuvent eux-mêmes favoriser la formation d'ettringite et une expansion subséquente par l'induction de fissures lors du traitement thermique initial [Grattan-Bellew et al., 1998]. Cependant, il est à noter que la durée de suivi de l'expansion dans l'étude de [Grattan-Bellew et al., 1998] n'a pas dépassé 70 jours, ce qui est normalement insuffisant pour tirer des conclusions.

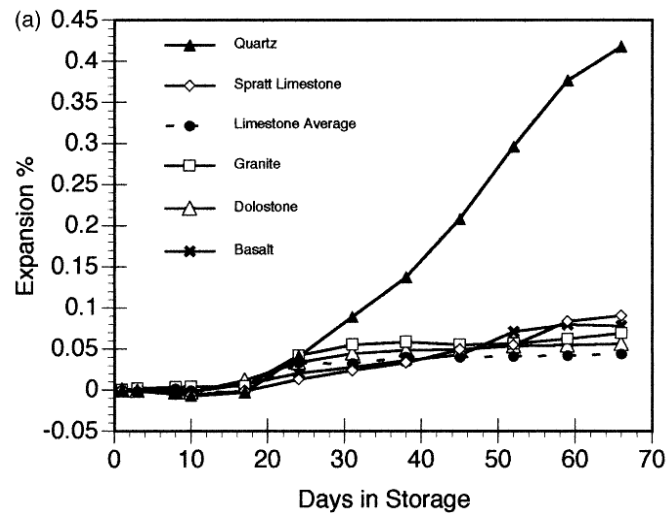


Figure I.11 : influence de la nature de granulat sur l'expansion due à la RSI [Grattan-Bellew et al., 1998]

Plusieurs études ont montré que la granulométrie des particules utilisées joue également un rôle important sur le développement de gonflements. Les résultats de [Grattan-Bellew et al., 1998] montrent des gonflements de mortiers d'autant plus rapides que la taille moyenne des granulats est petite. De plus, ces auteurs suggèrent une corrélation entre la surface spécifique des granulats et la vitesse d'expansion des mortiers. L'expansion est proportionnelle à la surface des granulats (Figure I.12). Ils notent également une tendance à l'augmentation de la quantité d'ettringite détectée par DRX avec la diminution de la taille des granulats. Les travaux de [Fu et al., 1997] montrent des gonflements plus importants lors de l'utilisation de particules plus fines. Au contraire, les résultats de [Heinz et al., 1999] montrent que l'utilisation de granulats très fins peut conduire à la suppression des gonflements. Ces auteurs observent une diminution du temps de latence avec l'augmentation de la taille des granulats.

Les effets de la taille des granulats sont attribués par les auteurs au fait que la distribution granulaire a une influence sur la porosité des matériaux en termes de taille, de distribution et de connexion. Ceci a alors une influence sur les échanges ioniques nécessaires à la rencontre des réactifs d'une part, et sur la possibilité de développer des pressions de cristallisation

d'autre part, en permettant la croissance de l'ettringite dans des espaces confinés. Selon [Heinz et al., 1999], une augmentation de la taille des granulats peut favoriser la connexion de la porosité et ainsi faciliter les échanges ioniques et diminuer les temps de latence. D'après [Fu et al., 1997 ; Grattan-Bellew et al., 1998], la diminution de la taille des pores en utilisant des granulats plus fins peut conduire à une augmentation des gonflements en favorisant l'apparition de pressions de cristallisation plus importantes.

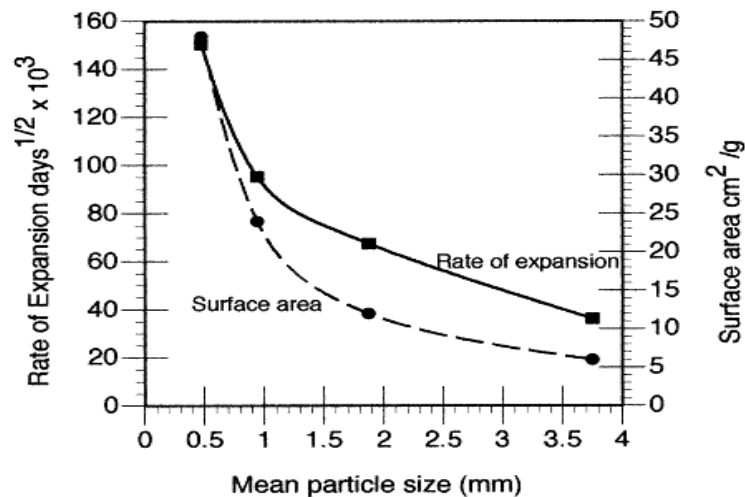


Figure I.12 : corrélation entre la taille des granulats de quartz et le taux d'expansion [Grattan-Bellew et al., 1998]

Comme dans la réaction alcali-silice, dans le cas de la RSI, les granulats jouent aussi un rôle important, même si ce rôle n'est pas encore parfaitement identifié (cf. chapitre IV).

### I.7.3.2. Le rapport E/C

Les propriétés mécaniques du béton, ainsi que ses propriétés de transfert (porosité, perméabilité...), sont essentiellement liées à son rapport E/C, qui est le premier indicateur de sa durabilité. Ce paramètre a fait l'objet de quelques études qui ont porté sur son effet sur le développement de la RSI et qui semblent être complexes et, parfois, contradictoires en apparence. Selon Stark et al. [Stark et Bollmann., 1992], l'expansion augmente avec la diminution du rapport E/C. En effet, un faible rapport E/C tend à diminuer la porosité, ce qui conduit à la réduction des espaces disponibles pour la précipitation libre de l'ettringite. Les produits de la réaction s'accumulent en effet dans la porosité et peuvent gonfler librement sans créer de pressions importantes dans la pâte de ciment. Ces résultats semblent être identiques à ceux de Petrov [Petrov, 2003]. Ce dernier conclut que l'effet du rapport E/C peut changer avec la variation des autres paramètres, mais qu'en fixant ces derniers, la valeur

ultime de l'expansion est d'autant plus importante que le rapport E/C est faible. Cependant, il remarque qu'il n'y a aucun cas où l'expansion d'un échantillon ayant un rapport E/C faible débute plus tôt que celle d'un échantillon ayant un rapport E/C élevé. Petrov a également travaillé sur l'effet des entraîneurs d'air et a montré que ceux-ci agissent comme une barrière à la propagation des fissures, entraînant ainsi une réduction de l'expansion. Quant à Brunetaud [Brunetaud, 2005], il explique qu'un faible rapport E/C fait augmenter la quantité du ciment dans le béton, ce qui conduit à une élévation de la température pendant la phase de la prise et favorise les risques de solubilisation de l'ettringite durant la phase du durcissement.

Au contraire, Ouyang et al. [Ouyang et al., 1988] montrent une diminution de l'expansion en abaissant le rapport E/C. Il attribue cet effet à la diminution de la porosité de la pâte de ciment qui fait diminuer les transferts hydriques et ioniques, et ainsi diminuer les gonflements.

### **I.7.3.3. La préexistence de fissures**

Selon quelques auteurs [Fu et al., 1994 ; Collepardi, 1997], l'existence des microfissures joue un rôle très important sur la formation différée d'ettringite. Différentes techniques ont été utilisées pour induire les microfissures, telles que des cycles de gel-dégel, des chargements mécaniques, des traitements thermiques à haute températures et des réactions chimiques combinées à la RSI.

Cependant, les recherches réalisées par Petrov et al. [Petrov et Tagnit-Hamou, 2004] ont montré que l'existence de microfissuration ne fait pas partie des conditions obligatoires pour la formation différée d'ettringite. Mais, elle permet l'accélération et l'amplification des expansions en accélérant les transferts ioniques. Les expérimentations d'Escadeillas [Escadeillas et al., 2007] vont également dans ce même sens. En effet, des éprouvettes n'ayant pas subi un pré-endommagement ont présenté des expansions dues à la RSI, mais celles-ci sont apparues plus rapidement dans les éprouvettes pré-endommagées que dans les éprouvettes saines.

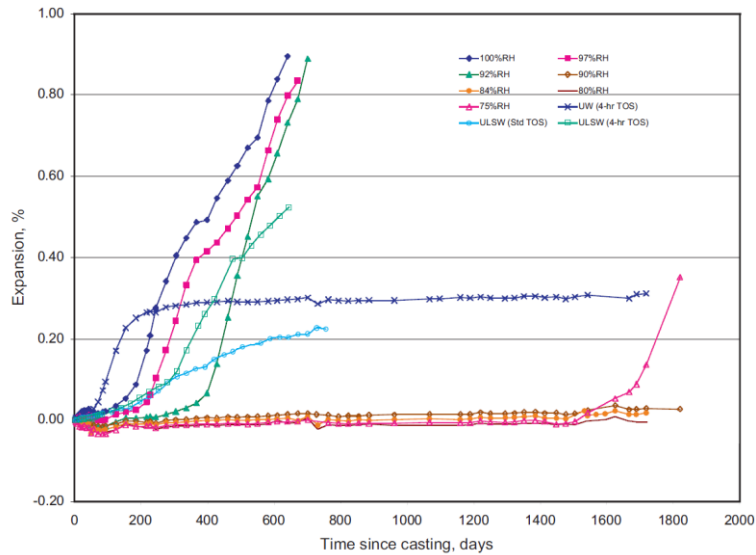
### **I.7.4. Paramètres liés à l'environnement de conservation**

Il est aujourd'hui reconnu que l'eau a une influence fondamentale dans la formation différée d'ettringite. En effet, elle est le milieu réactionnel nécessaire au déroulement de la réaction sulfatique interne et elle joue un rôle important sur sa vitesse et son intensité. Elle intervient aussi bien dans les processus de transfert que dans la formation des produits de réaction. Ainsi, le transfert des sulfates libres contenus, soit dans la solution interstitielle de

béton, soit physiquement absorbés par les C-S-H, vers les milieux réactionnels, est fortement favorisé par les mouvements d'eau. Les parties de l'ouvrage touchées essentiellement par la RSI sont celles en contact avec l'eau (zone immergée, zone de marnage...) ou soumises à des venues d'eau (défaut d'étanchéité, absence de drainage...) ou celles exposées à des taux d'humidité élevés.

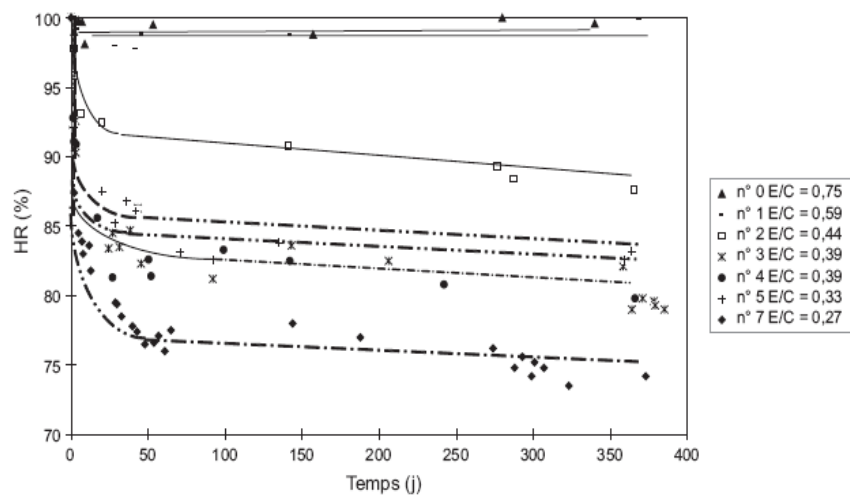
D'une manière générale, le gonflement augmente avec la quantité d'eau disponible [Famy et al., 2001 ; Graf, 2007 ; Martin, 2010]. Selon les travaux menés par Heinz et Ludwig [Heinz et Ludwig, 1987], aucune expansion n'est observée en dessous de 90% d'humidité relative après 780 jours. Mais, des expansions apparaissent après un an de remise à 100% d'humidité relative. Ces expansions sont plus importantes si les échantillons sont immergés dans l'eau. Famy [Famy et al., 2001] montre que pour les éprouvettes de mortiers immergées dans des solutions alcalines, les expansions sont retardées, alors que les mêmes échantillons conservées dans l'eau présentent un gonflement important. Ainsi, la lixiviation des alcalins modifie fortement la cinétique de la réaction.

Graf [Graf, 2007] a étudié l'impact de l'humidité relative sur le développement de la RSI en conservant des mortiers qui ont été chauffés à 90°C pendant 10 heures dans des environnements contrôlés par des solutions salines assurant des taux d'humidité allant de 75% à 100%. Les résultats ont montré que seuls les mortiers stockés à HR supérieure à 92% présentent des expansions et des fissures. Après 1500 jours, une augmentation de HR à 92% pour les éprouvettes qui étaient à une HR plus faible (75 et 90%) fournit des conditions nécessaires pour le déclenchement de la RSI, uniquement pour les éprouvettes qui ont été stockées à 75% et qui présentent une expansion significative (Figure I.13). Cela est dû au fait que les éprouvettes conservées à 90% ont déjà reformé de l'ettringite pendant la période de 1500 jours de stockage.



**Figure I.13 : influence des conditions de conservation hygrométriques sur l'expansion due à la RSI [Graf, 2007]**

Il est à noter que l'humidité relative interne dans les bétons dépend également du rapport E/C. La Figure I.14 montre l'évolution en fonction du temps de l'humidité relative de pâtes de ciment sans échange hydrique avec l'atmosphère pour différents rapports E/C. Elle montre qu'au bout de plus d'un an, les pâtes ayant un E/C supérieur à 0,5 (bétons courants) ont toujours une hygrométrie interne voisine de 100% alors que l'hygrométrie des BHP peut descendre aux alentours de 75%.



**Figure I.14 : évolution de l'HR de la pâte de ciment en fonction du temps sans échange hydrique avec l'atmosphère pour différents E/C [Yssorche, 1995]**

Dans le contexte normatif, le guide technique du LCPC [LCPC, 2007] distingue trois classes d'exposition notées XH1, XH2, XH3, qui viennent en complément des classes d'exposition définies dans la norme NF EN 206-1. Ces classes d'exposition sont définies selon les indications du tableau ci-dessous qui présente également, à titre informatif, des exemples de parties d'ouvrage classées dans les milieux ambiants appropriés.

Désignation de la classe d'exposition	Description de l'environnement	Exemples informatifs illustrant le choix des classes d'exposition
XH1	Sec ou humidité modérée	Partie d'ouvrage en béton située à l'intérieur de bâtiments où le taux d'humidité de l'air ambiant est faible ou moyen Partie d'ouvrage en béton située à l'extérieur et abritée de la pluie
XH2	Alternance d'humidité et de séchage, humidité élevée	Partie d'ouvrage en béton située à l'intérieur de bâtiments où le taux d'humidité de l'air ambiant est élevé Partie d'ouvrage en béton non protégée par un revêtement et soumis aux intempéries, sans stagnation d'eau à la surface Partie d'ouvrage en béton non protégée par un revêtement et soumise à des condensations fréquentes
XH3	En contact durable avec l'eau : immersion permanente, stagnation d'eau à la surface, zone de marnage	Partie d'ouvrage en béton submergée en permanence dans l'eau Eléments de structures marines Un grand nombre de fondations Partie d'ouvrage en béton régulièrement exposée à des projections d'eau

**Tableau I.2 : classes d'exposition de la partie d'ouvrage vis-à-vis de la RSI [LCPC, 2007]**

### **I.7.5. Interdépendance des différents paramètres : Etudes de Brunetaud**

La revue ci-dessus des paramètres de la RSI, montre que ceux-ci sont nombreux et interdépendants. Les travaux menés par Brunetaud [Brunetaud, 2005] ont fait appel à la méthode des plans d'expérience, et ont permis de mettre en évidence plusieurs points importants concernant l'impact de ces facteurs et de leurs interactions, afin de quantifier l'importance de chacun de ces paramètres :

- Les effets séparés de chacun des paramètres sont significatifs, mais les interactions entre paramètres peuvent être supérieures à l'effet séparé d'un paramètre ;

- L'interaction entre les paramètres « durée d'échauffement » et « température » est plus forte que les effets, néanmoins très importants, de chacun de ces deux paramètres pris séparément ;
- Une interaction significative est observée entre les paramètres « durée d'échauffement », « teneur en alcalins » et « température » ;
- En ce qui concerne les paramètres relatifs à la formulation du béton, l'importance de la nature des granulats, du rapport E/C et leurs interactions avec la durée d'échauffement est bien mise en évidence ;
- En ce qui concerne le ciment, le paramètre « SO<sub>3</sub> » est le plus influant, suivi du paramètre « teneur en alcalins » et de leurs interactions.

## **I.8. Essais accélérés d'évaluation**

On présente dans ce paragraphe les différents essais accélérés qui ont été proposés afin d'évaluer le potentiel réactif de mortiers ou de bétons vis-à-vis de la formation différée d'ettringite. En effet, l'apparition de ce phénomène est très lente, et par conséquent, il est parfois difficile de se prononcer sur la sensibilité de certains mélanges à cette pathologie. La période prise pour qu'une expansion dans un mortier ou dans un béton se déclare peut parfois prendre des années. Cela a été montré par plusieurs études [Barbarulo, 2002 ; Pavoine, 2003 ; Petrov, 2003 ; Brunetaud, 2005 ; Aubert et al., 2009]. Yang et al. [Yang et al., 1996] montrent, pour des pâtes de ciment ayant subi une cure à 100°C pendant 3 heures, des expansions significatives qui ne débutent qu'après 3 ans de conservation dans de l'eau à 20°C.

Le test de Duggan et Scott [Duggan et Scott, 1986], initialement prévu pour évaluer une formule de béton vis-à-vis de l'alcali-réaction et qui a ensuite été utilisé pour la formation différée d'ettringite, est réalisé sur des éprouvettes de bétons cylindriques de 25 mm de diamètre et de 50 mm de hauteur. Il consiste à effectuer des successions de phases d'exposition à une température élevée (82°C) et d'une phase d'immersion dans l'eau distillée à 21°C. Les résultats montrent que les éprouvettes pour lesquelles l'expansion dépasse le seuil critique proposé correspondent aux échantillons issus d'ouvrages malades.

Gillot et Grabowski [Gillot et Grabowski, 1990] ont critiqué cet essai en estimant que des tels cycles imposés modifient les caractéristiques physiques et chimiques du matériau de manière irréaliste.

Lane et Ozyildirim [Lane et Ozyildirim, 1999] ont réalisé des essais de performance basés sur le test de Duggan et la méthode ASTM C 342. Ils proposent plusieurs modes opératoires avec différentes températures de cure (55°C pour ASTM C 342 et 80°C pour Duggan), afin d'étudier l'impact de cycles thermiques. Les résultats d'expansion montrent que seuls les essais dont la température maximale est de 80°C provoquent des expansions. De plus, l'expansion est d'autant plus importante que l'essai comporte un cycle de séchage. Des examens microscopiques permettent d'attribuer l'expansion à la formation d'ettringite localisée aux interfaces pâte-granulat.

D'autres types d'essais sont issus des travaux d'Attiogbe et Wells. [Attiogbe et Wells, 1990], et sont basés sur des cycles de séchage et d'immersion. La température de séchage est de 80°C, mais l'essai ne comporte pas de phase de séchage courte puisque chacune des phases de séchage dure 72 heures. Contrairement au test de Duggan, cet essai ne comporte que deux cycles, et les dimensions d'éprouvettes sont plus importantes. De plus, les échantillons sont conservés dans l'eau du réseau et non pas dans de l'eau distillée comme dans l'essai de Duggan.

Fu propose un test visant à déterminer le potentiel d'expansion des mortiers [Fu, 1996], avec une température et une durée de séchage différentes de celles du test de Duggan, ainsi que les dimensions des éprouvettes et la nature des solutions de conservation de celles-ci. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes de mortier prismatiques de dimensions 25 × 25 × 160 mm. Tout d'abord, les éprouvettes sont conservées 1 heure à 23°C dans une enceinte humide. Ensuite, elles subissent deux traitements thermiques : le premier de 12 heures à 95 ± 1,7°C, suivi d'une immersion dans de l'eau pendant 6 heures à 23°C, et le deuxième de 24 heures à 85 ± 1,7°C. À la suite de ces cycles, les échantillons sont conservés dans une solution saturée en chaux à 23°C. Le seuil critique exprimé est de 0,04% d'expansion après 42 jours d'immersion. Notons que le délai d'une heure accordé pour la maturation des bétons à la température ambiante a pour but d'augmenter la quantité d'ions sulfates adsorbés à la surface des C-S-H, et que le deuxième traitement permet d'accélérer les processus d'expansion.

L'essai de Stark et Bollmann [Stark et Bollmann, 1992] avait comme objet de reproduire des conditions cycliques en température et en humidité proches de la réalité. Il est plus complexe que les autres essais présentés ci-dessus. Son mode opératoire comporte notamment des phases de gel-dégel et se singularise des autres essais par l'absence de phase d'immersion prolongée. L'impact de ces cycles n'est pas négligeable et il paraît difficile de dissocier la contribution de la fissuration et celle de la formation d'ettringite sur les gonflements mesurés.



La plupart de ces essais sont essentiellement basés sur un pré-endommagement des éprouvettes (par des cycles de gel-dégel ou par des cycles de séchage et d'humidification) ou sur des traitements thermiques très élevés. Ils étaient donc critiquables du fait des températures élevées imposées à plusieurs reprises à des échantillons dont les dimensions ne semblent pas appropriées [Pavoine, 2003]. En effet, l'essai de Duggan comporte des températures élevées qui risquent de déstabiliser les hydrates. De plus, compte tenu des faibles dimensions des éprouvettes, un lessivage des alcalins peut également modifier les équilibres chimiques à cœur des éprouvettes. De même, les températures retenues et imposées à plusieurs reprises dans l'essai de Fu ainsi que dans celui d'Attigbe en font des essais trop sévères. Pour l'essai proposé par Stark et Bollmann, les désordres observés peuvent être attribués aux cycles gel-dégel imposés.

Partant de ce constat, une étude a été réalisée au LCPC, pour mettre au point un essai de performance permettant de quantifier les risques d'un béton soumis à un échauffement au jeune âge en tenant compte de ces problèmes. L'essai de Pavoine [Pavoine et al., 2006] est réalisé sur des éprouvettes de bétons cylindriques ( $\varnothing 11\text{cm} \times 22\text{ cm}$ ) ou prismatiques ( $7\text{cm} \times 7\text{ cm} \times 28\text{ cm}$ ) qui vont subir deux cycles d'humidification/séchage. Chaque cycle dure 14 jours et il est composé de deux phases : un séchage pendant 7 jours dans une enceinte à  $38 \pm 2^\circ\text{C}$  et  $\text{HR} < 30\%$  et une humidification pendant 7 jours dans de l'eau du réseau à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ . Ces deux cycles sont suivis par une phase d'immersion des corps d'épreuve dans de l'eau à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ . À ce jour, l'essai développé dans le cadre de cette étude a le statut de méthode d'essai LPC [Méthodes d'essai des lpc n°66, 2007]. La validation de l'essai est une condition nécessaire pour qu'il soit utilisé dans le cadre d'une démarche préventive rigoureuse. Les premiers résultats obtenus sur les bétons issus de cas réels confirment le bon accord entre les mesures effectuées sur des éprouvettes en laboratoire et les observations de terrain. Comme pour tout essai performantiel, il est cependant nécessaire de recueillir davantage de données correspondant à des cas réels pour accroître encore la validité de l'essai proposé. Une campagne de validation complémentaire a donc été initiée par le LCPC pour s'assurer de la représentativité du test vis-à-vis d'un plus grand nombre de cas réels.

D'autre part, Petrov [Petrov, 2003] a développé un essai accéléré n'entraînant pas de pré-fissuration dans les matériaux. Il est réalisé sur différentes éprouvettes de mortier qui vont subir des cycles thermiques dans de l'eau saturée en chaux. La température de l'eau varie de  $10$  à  $50^\circ\text{C}$  à raison de 6 cycles par jour. Son but était de simuler, d'une façon accélérée, les changements de température dans des conditions de climat chaud et humide, tout en évitant la microfissuration causée par l'application de la méthode d'évaluation elle-même. Il obtient des résultats montrant que l'utilisation de ces cycles permet d'accélérer l'expansion sans créer les

microfissures. Par contre, il n'aborde pas une justification de la nécessité de tels cycles très lourds expérimentalement et leur préférence à des immersions dans de l'eau à 50°C.

Plusieurs essais existent donc dans le but d'accélérer la formation différée d'ettringite. Il faut noter que, même avec ces essais, les délais nécessaires à l'apparition d'expansions significatives restent relativement longs.

## **I.9. Mécanismes d'expansion**

Le mécanisme exact expliquant le gonflement induit par la formation différée d'ettringite a fait l'objet de plusieurs études. On aborde ci-après quelques mécanismes proposés dans la littérature.

### **I.9.1. Théorie colloïdale**

Le principe de cette théorie, élaborée par Metha [Metha, 1973], repose sur des forces de gonflement provenant de l'environnement électrique des particules d'ettringite précipitée, qui peuvent développer des forces d'attraction et de répulsion. Les particules colloïdales d'ettringite, de surface spécifique très élevée et chargées négativement attirent les molécules d'eau polaires qui les entourent ce qui provoque un phénomène rapide de gonflement.

### **I.9.2. Expansion uniforme de l'ettringite**

Cette théorie proposée par Taylor [Taylor, 1993] suppose qu'après la phase d'échauffement du béton, une grande quantité de monosulfoaluminate de calcium hydraté se trouve concentrée sur les C-S-H. En effet, ces derniers possèdent une grande surface spécifique et une forte interaction avec les ions de la solution interstitielle. Barbarulo [Barbarulo, 2002] estime que des ions aluminates sont également absorbés par les C-S-H, et qu'on retrouve à la fin de la période d'échauffement des feuillets de C-S-H enrichis en  $\text{SO}_3$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Après retour à la température ambiante, et dans des conditions d'apport suffisant en eau, les ions sulfates sont libérés par les C-S-H ce qui conduit à une précipitation d'ettringite. Etant donné la répartition homogène des C-S-H dans la pâte de ciment, cela se traduit par une expansion homogène de la pâte produisant à la fois des fissures dans la pâte et aux interfaces pâte/granulats.

Cette théorie a été critiquée par quelques auteurs, surtout par Diamond [Diamond, 2004] qui suggère qu'il faut prendre en compte la participation des granulats dans le mécanisme de dégradation. En effet, les travaux menés par Yang et al. [Yang et al., 1999], dans lesquels ils ont étudié l'impact de la nature des granulats sur le développement de la RSI, montrent des symptômes aux interfaces pâte/granulats des mortiers fabriqués à base de granulats siliceux, ce qui n'est pas le cas dans les mortiers à base de granulats calcaires.

### **I.9.3. Expansion par pression de cristallisation**

Cette théorie suppose que l'ettringite cristallise dans les fissures et les grands pores du béton et que la croissance des cristaux va générer des pressions qui vont engendrer des gonflements. Une telle théorie a été proposée par Diamond [Diamond, 1996]. Le gonflement engendré est en relation avec la pression de cristallisation qui dépend du taux de sursaturation de la solution interstitielle, et elle est exprimée par la relation suivante :

$$P = (RT/V_S) \cdot (\ln C/C_S)$$

où  $R$  est la constante des gaz parfaits,  $T$  est la température absolue,  $V_S$  est le volume de la solution interstitielle,  $C$  est la concentration de la solution interstitielle et  $C_S$  est la concentration de la solution à la saturation. Cette pression peut atteindre des grandes valeurs dépassant la résistance du béton à la traction qui est de l'ordre de 3 à 6 MPa.

Avec les ciments Portland et en présence d'une quantité suffisante de  $C_3A$ , toutes les conditions sont réunies pour que, au contact de sulfates, il se produise à l'échelle microscopique, des sursaturations extrêmement élevées provoquant la précipitation rapide de l'ettringite. La pression de cristallisation de cette ettringite est considérable et serait donc suffisante pour générer des fissurations.

### **I.9.4. Mécanisme proposé par Brunetaud**

Suite aux travaux réalisés dans sa thèse, Brunetaud [Brunetaud, 2005] propose un mécanisme de dégradation décomposé en quatre phases distinctes schématisées dans la Figure I.15.

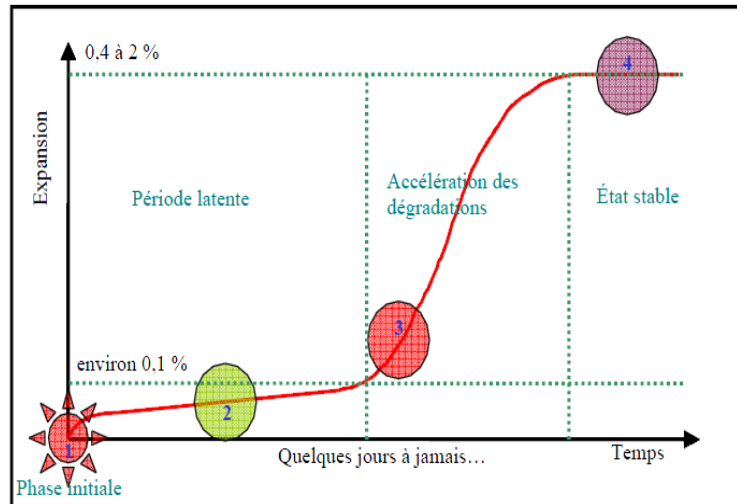


Figure I.15 : mécanisme d'expansion proposé par Brunetaud [Brunetaud, 2005]

#### a) Phase initiale

Cette phase correspond à la phase de solubilisation de l'ettringite. Elle dépend essentiellement de la teneur en alcalins et de la température. Avant la précipitation de l'ettringite, les concentrations des ions constitutifs de l'ettringite devront augmenter avec la température et la teneur en alcalins. Le monosulfoaluminate de calcium hydraté peut être amené à devenir la seule phase sulfoaluminate stable durant cette phase et les ions excédentaires (principalement sulfates, et probablement aussi aluminates) se retrouvent en solution et peuvent donc être absorbés par les C-S-H. La quantité d'ions absorbés sur les C-S-H sera principalement fonction de leur concentration (donc indirectement de la température et de la teneur en alcalins) et de la durée de cette phase, c'est-à-dire de la durée de l'échauffement. Cette phase initiale s'arrête à la fin de l'échauffement.

#### b) Phase latente

Cette phase vient juste après le retour à la température ambiante. Elle correspond à une période d'apparente inactivité de la pathologie. Un faible gonflement lent est remarqué, ainsi qu'une absence de modification majeure du module d'élasticité et de la masse volumique du matériau. Durant cette phase, les mécanismes qui régissent les expansions sont identiques à ceux proposés par la théorie de l'expansion uniforme de la pâte de ciment. Brunetaud estime que l'ettringite pourrait se situer dans les C-S-H de la porosité capillaire comme le propose Taylor. Il insiste également dans ses explications sur les grains de Hadley qui débutent leurs formations par un décollement entre le grain de ciment anhydre et son auréole de C-S-H.

En effet, il montre que l'intérieur de la coquille des grains de Hadley qui contient, à la fin de l'échauffement, de l'AFm, représente la première zone où l'ettringite peut être observée. Il suggère que ce grain de Hadley est une zone particulièrement favorable à la formation d'ettringite secondaire du fait que tous les éléments permettant la DEF sont concentrés dans ces grains. La répartition des grains de Hadley étant relativement homogène dans la pâte de ciment hydratée, le gonflement de ces grains peut donc générer un gonflement tout aussi homogène. Cette expansion homogène de la pâte va provoquer l'apparition de vides autour des inclusions qui ne gonflent pas comme les granulats. Ainsi, selon le mécanisme proposé par Brunetaud, la fissuration des interfaces pâte/granulats va marquer la fin de la période de latence. De plus, cette fissuration va se traduire par une première baisse du module dynamique. Pour des bétons à base de granulats siliceux, la première fissuration significative correspond systématiquement à une expansion d'environ 0,1%.

#### **c) Phase d'accélération des dégradations**

Cette phase est une conséquence de la modification de la répartition des efforts engendrée par les premières fissurations significatives des interfaces pâte/granulats. Ces interfaces s'ouvrent et commencent à se remplir de cristaux d'ettringite à l'aspect comprimé. L'ettringite initialement contenue dans la pâte de ciment se dissout et migre pour précipiter dans la nouvelle porosité libre créée par l'expansion uniforme de la pâte, et notamment dans les fissures aux interfaces pâte/granulats. Ce phénomène est connu sous le nom de mûrissement d'Ostwald. L'auteur conclut que l'ettringite qui se développe aux interfaces pâte/granulats est la source de l'accélération des dégradations et donc de l'endommagement du béton.

#### **d) Phase de stabilisation**

Cette phase intervient soit parce que le matériau arrive enfin à résister au gonflement, soit parce que les C-S-H ont totalement vidé leur réserve d'ions sulfate. Cependant, il est montré que l'expansion se poursuit tout de même et que cette progression résiduelle de l'expansion est probablement la conséquence du mûrissement d'Ostwald sans apport d'ions des C-S-H. Brunetaud conclut et synthétise la présentation des mécanismes qu'il propose en conciliant les deux grandes théories (expansion uniforme de la pâte et pression cristalline) de la manière suivante : les expansions significatives des matériaux atteints de RSI sont dues à la pression cristalline localisée de l'ettringite elle-même étant la conséquence d'une expansion uniforme préalable de la pâte de ciment.

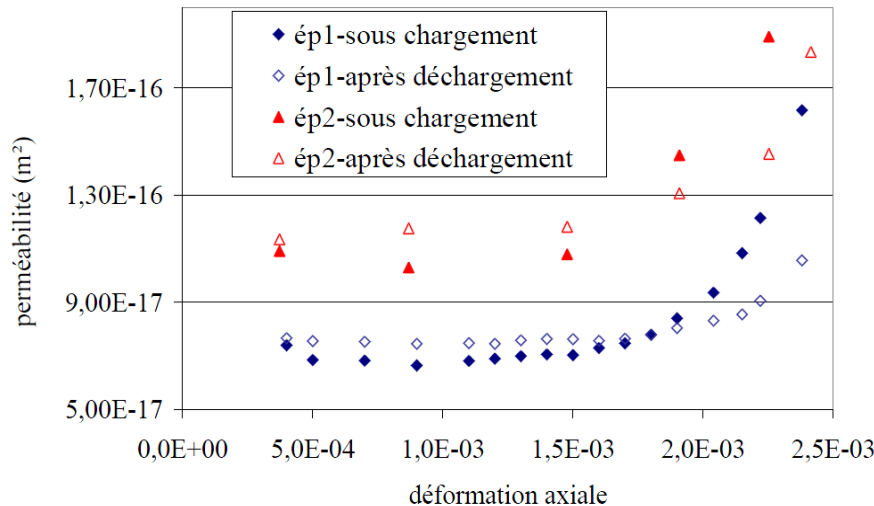
## **I.10. Effets des sollicitations mécaniques sur la perméabilité du béton**

La perméabilité d'un matériau poreux représente son aptitude à se laisser traverser par un fluide sous un gradient de pression. Les bétons durables sont en général des bétons de faible perméabilité dans la mesure où la faible perméabilité limite la pénétration des agents agressifs.

La perméabilité d'un béton dépend essentiellement de son réseau poreux (distribution des volumes poreux, connectivité...). Elle dépend également de l'état de (micro)fissuration. L'écoulement est grandement influencé par la taille (ou ouverture) des vides (pores et fissures) et par leur connectivité, ainsi que par la rugosité des fissures. Si le réseau n'est pas connecté, la perméabilité est quasiment nulle. Au-delà du seuil de percolation et en présence de fissures, la perméabilité peut augmenter de plusieurs ordres de grandeurs.

Lors de la perméation à travers un béton d'ouvrage fissuré, le flux peut se produire dans le réseau poreux, comportant des pores initiaux (cavités volumiques) ainsi que dans des fissures (cavités surfaciques) induites par le retrait au jeune âge, le séchage, les effets de sollicitations mécaniques, thermiques, environnementales (chimiques), différées, etc. subis au cours de la vie de l'ouvrage. Ces fissures augmentent et interconnectent généralement les chemins de percolation et diminuent ainsi la résistance du milieu au flux, provoquant une augmentation de la perméabilité.

Plusieurs études ont été menées afin de caractériser l'évolution de la structure poreuse et la perméabilité du béton suite à des endommagements engendrés par des sollicitations mécaniques. Des résultats expérimentaux ont démontré une augmentation nette de la perméabilité au gaz du béton, mesurée sous une compression, à partir d'un taux de chargement environ 70-90 % de la contrainte ultime [Sugiyama et al., 1996 ; Hearn et Lok, 1998 ; Meziani et Skoczylas, 1999 ; Skoczylas, 1999]. Ce niveau de contrainte correspond au développement et à l'interconnexion des microfissures dans la pâte de ciment. Par contre, des essais réalisés pour des faibles taux de chargement (inférieur à 50% de la contrainte au pic) ont principalement mis en évidence une légère diminution de la perméabilité qui est attribuée à la fermeture initiale de la porosité et des microfissures préexistantes [Choinska, 2006] (Figure I.16). En traction, des essais par fendage menés jusqu'à la rupture ont mis en évidence une augmentation de la perméabilité de trois à cinq ordres de grandeur par rapport à la perméabilité initiale [Wang et al., 1997 ; Picandet, 2001].



**Figure I.16 : évolution de la perméabilité de deux éprouvettes de béton chargées et déchargées en fonction de la déformation axiale obtenue au cours du chargement [Choinska, 2006]**

## I.11. Modélisation de la RSI

De nombreuses études ont été menées afin de développer des modèles pour prédire l'expansion d'un béton atteint par la RSI.

Plusieurs auteurs proposent des relations pour la prédiction du comportement du béton à partir de sa composition. Kelham [Kelham, 1996] a proposé une équation, fonction de la composition du ciment (teneurs en MgO, C<sub>3</sub>A, C<sub>3</sub>S, Na<sub>2</sub>O<sub>eq</sub> et surface spécifique du ciment), qui prédit l'expansion par RSI de mortiers étuvés durant 12 heures à 90°C. Ce modèle est très limité parce qu'il n'a été calibré que pour un seul type d'étuvage. Dans le même contexte, Lawrence [Lawrence, 1995] propose un modèle plus général basé sur des essais réalisés sur des mortiers fabriqués à partir de 55 ciments différents et étuvés à 100°C pendant 3 heures. Zhang [Zhang et al., 2002] propose un indice basé sur les taux de sulfates, d'alcalins et d'aluminates (détaillé en section I.7.2.2). Les travaux de Brunetaud [Brunetaud, 2005] basés sur le principe des plans d'expérience et ayant pour but de déterminer l'influence de plusieurs paramètres (température et durée d'échauffement, rapport E/C, type de granulats, composition et finesse du ciment) sur les expansions induites par la RSI, ont permis de mettre en évidence le rôle majeur de certains paramètres, et surtout de montrer que les interactions entre eux, notamment entre la température et la durée de l'échauffement, sont de première importance. Le dépouillement des plans fournit des modèles empiriques capables de reproduire les réponses obtenues sur la totalité du champ expérimental parcouru.

En revanche, ces modèles ne tiennent que partiellement compte de plusieurs paramètres qui sont nécessaires pour le déclenchement de la réaction, tel que l'environnement de conservation du béton, et ne donnent aucune idée sur la cinétique de la réaction. Afin de modéliser les amplitudes et les cinétiques de gonflement, Brunetaud [Brunetaud, 2005] propose une loi pour décrire les courbes de gonflement ayant la forme d'une sigmoïde en se basant sur la modélisation développée par Larive [Larive, 1997] pour décrire les courbes de gonflement d'éprouvettes de béton soumises à la réaction alcali-silice. Cette loi est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_{\infty} \frac{1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_c}\right)}{1 + \exp\left(-\frac{t - \tau_l}{\tau_c}\right)} \left(1 + \frac{\phi}{\delta + t}\right)$$

où  $\varepsilon_{\infty}$  est le gonflement maximal atteint en fin de réaction ;  $\tau_l$  est le temps de latence, qui caractérise l'instant où la réaction s'accélère par augmentation de la diffusion au sein du matériau du fait de la microfissuration ;  $\tau_c$  est le temps caractéristique relatif à la phase d'atténuation des phénomènes expansifs, qui caractérise la durée pour parvenir au palier de déformation ;  $\Phi$  et  $\delta$  sont des coefficients introduits afin de modéliser une phase asymptotiquement linéaire en fin de réaction qui représente d'une manière plus pertinente la RSI.

Cette loi a été utilisée par Baghdadi [Baghdadi, 2008] qui propose des lois de couplage entre les paramètres des lois d'expansion présentés par Brunetaud [Brunetaud, 2005] et les paramètres principaux qui gouvernent la cinétique du gonflement dû à la RSI, en particulier l'histoire thermique au jeune âge du béton et les conditions environnementales (température et humidité).

Le couplage entre l'histoire thermique au jeune âge et le potentiel de gonflement s'inspire de la loi d'Arrhenius et fait intervenir une énergie d'activation  $E_a$  caractérisant l'énergie thermique qu'il est nécessaire de fournir au jeune âge pour engendrer un potentiel de gonflement. Cette loi présente un seuil de température  $T_0$  en dessous duquel les effets de la température sont négligeables par rapport au risque de RSI. Un coefficient multiplicateur  $\alpha$  est mis en œuvre et caractérise l'amplitude de gonflement du béton.



$$\varepsilon_{\infty} = \begin{cases} 0 & \text{si } T(t) \leq T_0 \\ \alpha \int_{T(t) \geq T_0} \exp\left(\frac{-E_a}{R} \cdot \frac{1}{T(t) - T_0}\right) \cdot dt & \end{cases}$$

Concernant le couplage entre l'humidité et le gonflement, et en l'absence de résultats expérimentaux suffisamment nombreux, Baghdadi [Baghdadi, 2008] intègre un modèle de couplage inspiré des travaux de [Poyet, 2003] pour décrire l'influence de la teneur en eau sur la cinétique et l'amplitude du gonflement induit par la réaction alcali-silice, d'autant que les deux pathologies présentent de nombreuses similarités. Trois fonctions de pondération de l'amplitude, du temps de latence et du temps caractéristique des gonflements sont définies et sont prises en compte dans le calcul :

$$f_{\infty}(S_r) = \left( \frac{\langle S_r - S_r^{\infty} \rangle^+}{1 - S_r^{\infty}} \right)^{m_{\infty}} \quad f_c(S_r) = \left( \frac{\langle S_r - S_r^c \rangle^+}{1 - S_r^c} \right)^{m_c} \quad f_l(S_r) = \left( \frac{\langle S_r - S_r^l \rangle^+}{1 - S_r^l} \right)^{m_l}$$

où  $S_r$  est le degré de saturation,  $S_r^{\infty, l, c}$  sont les degrés de saturation seuils de déclenchement de la réaction,  $m_{\infty, l, c}$  sont des paramètres définissant la non linéarité de la loi et  $\langle X \rangle^+$  représente la partie positive de  $X$ .

Enfin, pour tenir compte de l'effet des contraintes sur le gonflement, Baghdadi [Baghdadi, 2008] programme une pondération de la déformation chimique par des coefficients qui tiennent compte de l'état de contrainte auquel la structure est soumise. Pour cela, il distingue deux étapes : une pondération du gonflement volumique par une fonction qui tient compte de la contrainte moyenne, puis une pondération du gonflement chimique sous contrainte. La prise en compte de ce couplage est issue des observations de [Multon et Toutlemonde, 2006] dans le cas de l'alcali-réaction.

Martin [Martin, 2010] propose dans ses études des exemples d'application de la méthodologie de re-calcul développée par [Baghdadi, 2008] sur des poutres non armées, mais des difficultés sont rencontrées pour la réalisation des calculs lors de l'application de cette méthode numérique. L'architecture du modèle de [Baghdadi, 2008] propose un découplage total du calcul de diffusion hydrique et du calcul mécanique. En revanche, des calculs hydriques réalisés n'ont pas permis de reproduire la prise de masse de certaines structures lors du développement des expansions, et il semble ainsi qu'il existe un couplage entre le calcul hydrique et le calcul mécanique traduisant l'évolution des propriétés de transfert au cours des expansions.

## I.12. Conclusion

Nous avons réalisé dans ce chapitre une étude bibliographique qui nous a permis de faire une brève revue des notions de base et des théories concernant la réaction sulfatique interne, et nous nous sommes particulièrement intéressés à l'étude des différents facteurs qui peuvent agir dans la formation différée d'ettringite. Cela a également permis de justifier les besoins en recherche pour cette pathologie et de préciser les choix expérimentaux retenus pour notre étude. En effet, si de nombreuses études ont permis au cours de ces dernières années d'apporter des éléments dans la compréhension des mécanismes mis en jeu dans la RSI, de nombreuses interrogations liées à cette pathologie demeurent.

L'histoire thermique du matériau conditionne fortement son caractère expansif vis-à-vis de cette pathologie. Un échauffement au jeune âge se révèle être une condition nécessaire pour le développement du gonflement. La littérature établit un seuil de température pour le déclenchement de la RSI généralement voisin de 65-70°C. Néanmoins, ce seuil peut varier selon la composition du matériau. Cette élévation de température peut être due à l'application d'un traitement thermique, à l'exothermie naturelle des réactions d'hydratation dans une pièce massive ou à un échauffement tardif comme le cas de colis de stockage des déchets radioactifs.

La présence d'eau présente également une importance de premier ordre vis-à-vis du risque de la RSI. Les gonflements sont en général d'autant plus importants que l'humidité environnante des matériaux est élevée. Certains auteurs mettent en évidence un comportement à seuil dont la valeur est estimée à 92%. Cependant, le rôle joué par l'humidité environnante semble aujourd'hui insuffisamment étudié, et les études disponibles dans la littérature sont généralement relatives à des mortiers. Des études du couplage entre humidité et gonflements dans le béton se révèlent donc nécessaires afin de mettre en évidence les effets de l'humidité.

L'expansion engendrée par la RSI est fortement liée aux caractéristiques du ciment, notamment à sa teneur en  $SO_3$  et  $Al_2O_3$ , sa teneur en alcalins et sa teneur en  $C_3A$ . L'ajout des additions minérales, à l'exception des fillers calcaires, semblent conduire à une suppression des gonflements.

L'apparition de la RSI est très lente et les expansions ne débutent dans certains cas qu'après plusieurs années. Par conséquent, il est parfois difficile de se prononcer sur la sensibilité de certains mélanges à cette pathologie. Ainsi, plusieurs essais d'accélération ont été proposés afin de diminuer le temps de réponse des matériaux relatif aux essais.

La formation différée d'ettringite se traduit par le développement d'expansion entraînant des dégradations importantes dans la structure. Elle se manifeste par un gonflement du matériau et par des fissures dans l'ouvrage. Une dégradation des performances mécaniques dans les matériaux atteints par la RSI est ainsi observée. Les études montrent des diminutions dans la résistance en compression et le module d'élasticité. D'autre part, à notre connaissance, les conséquences du développement de la RSI sur les propriétés de transfert du béton n'avaient jamais été étudiées. Cependant, il apparaît nécessaire de prédire l'évolution des propriétés de transfert des bétons atteints, notamment dans le cas des installations qui possèdent une fonction de confinement.

Le travail de thèse présenté dans la suite de ce mémoire s'est attaché, d'une part à la prédiction du risque de développement d'une RSI dans les bétons de structure des ouvrages nucléaires en prenant en compte les spécificités de ce domaine et en se limitant au cas des enceintes de confinement, d'autre part, au recensement de quelques paramètres influençant le phénomène, qui ne sont pas parfaitement connus à ce jour tels que le taux critique d'humidité relative environnante et le rôle joué par le squelette granulaire. Par ailleurs, on s'intéresse également à l'influence du développement d'une RSI sur les performances mécaniques et sur les propriétés de transfert du béton.



# Chapitre II.

## Evaluation du risque de développement de la RSI dans un béton d'enceinte de confinement

<b>II.1. Introduction</b> .....	<b>71 -</b>
<b>II.2. Simulation de l'échauffement au jeune âge du radier général d'une enceinte de confinement</b> -	<b>72 -</b>
II.2.1. Modèle thermo-chimique .....	72 -
II.2.2. Structure à modéliser - maillage .....	73 -
II.2.3. Réponse thermique du radier .....	76 -
II.2.4. Conclusion .....	78 -
<b>II.3. Programme expérimental</b> .....	<b>79 -</b>
II.3.1. Formulation du béton du radier .....	79 -
II.3.2. Fabrication des éprouvettes .....	81 -
II.3.3. Traitement thermique .....	81 -
II.3.4. Cycles de séchage et d'humidification .....	83 -
II.3.5. Conditionnement des éprouvettes .....	84 -
II.3.6. Procédures de suivi des corps d'épreuve .....	86 -
II.3.6.1. Suivi de masse .....	86 -
II.3.6.2. Suivi de l'expansion .....	87 -
II.3.6.3. Suivi de module dynamique .....	88 -
II.3.6.4. Caractérisation mécanique par essais destructifs : suivi de la résistance en compression et du module d'Young .....	90 -
II.3.6.5. Suivi des indicateurs de durabilité .....	92 -
II.3.6.5.1 Porosité accessible à l'eau .....	93 -
II.3.6.5.2 Perméabilité au gaz .....	93 -
II.3.6.6. Essais de caractérisation complémentaire .....	95 -
II.3.6.6.1 Porosimétrie par intrusion de mercure .....	95 -
II.3.6.6.2 Résistivité électrique .....	95 -
II.3.6.6.3 Quantification du lessivage des alcalins .....	97 -
<b>II.4. Présentation et analyse des résultats</b> .....	<b>97 -</b>
II.4.1. Comparaison des variations massiques et dimensionnelles .....	97 -
II.4.2. Evolution des modules dynamiques .....	101 -
II.4.3. Effet du gonflement sur les propriétés mécaniques .....	102 -
II.4.3.1. Influence du traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques initiales .....	102 -
II.4.3.2. Propriétés mécaniques des B11 atteints de RSI .....	103 -
II.4.4. Interaction gonflement – perméabilité – porosité .....	107 -
II.4.4.1. Evolution de la perméabilité avec l'expansion .....	107 -
II.4.4.2. Effet de Klinkenberg sous gonflement .....	109 -
II.4.4.3. Influence de l'état d'expansion sur la porosité et la distribution de la taille des pores .....	111 -
II.4.4.3.1 Evolution de la porosité accessible à l'eau .....	111 -
II.4.4.3.2 Distribution de la taille des pores après gonflement .....	112 -
II.4.5. Couplage expansion-prise de masse .....	114 -
II.4.6. Apport des mesures complémentaires .....	121 -
II.4.6.1. Mesure de résistivité électrique .....	121 -
II.4.6.2. Lessivage des alcalins .....	121 -
<b>II.5. Conclusion</b> .....	<b>122 -</b>



## II.1. Introduction

Les enceintes de confinement des centrales nucléaires sont des structures en béton représentant des barrières protectrices entre le milieu interne, nucléaire et protégé, et l'extérieur. Le comportement de ces enceintes est un point essentiel pour l'évaluation de la sûreté des installations nucléaires dont les structures doivent assurer le confinement en fonctionnement normal ou accidentel, sous différents types d'agressions interne ou externe, voire en cas d'accidents graves. Leur fonction « étanchéité » doit être garantie sur une durée de vie relativement longue d'environ une cinquantaine d'années. Cette fonction d'étanchéité dépend principalement des caractéristiques du matériau de structure, en particulier de son état de fissuration.

Comme évoqué dans le premier chapitre, un échauffement excessif du béton au jeune âge du fait de l'exothermie naturelle des réactions d'hydratation du ciment dans les pièces massives, peut dans certains cas favoriser le développement de la RSI et nuire sévèrement à la durabilité du béton. Dans le domaine du nucléaire, l'éventualité de rencontrer ce phénomène ne peut pas être écartée. En effet, il existe des pièces massives dans les ouvrages nucléaires pour lesquelles un échauffement important pourrait se produire lors de la prise du béton. Il apparaît alors nécessaire pour ces ouvrages de vérifier s'il existe un éventuel risque de développement à long terme d'une RSI pouvant mettre en cause leur durabilité. Ce risque doit donc être évalué dans les parties de ces ouvrages où ce phénomène est susceptible de se produire pendant leur durée de vie. Ceci revêt une importance capitale dans un contexte où une prolongation de la durée de vie de ces installations est envisagée.

Compte tenu de ce contexte, il a été décidé de caractériser le comportement, vis-à-vis de la RSI, d'une formule de béton référencée B11, représentative du béton du radier général de l'enceinte de confinement d'une centrale nucléaire en France. Ainsi, la démarche globale de ce chapitre se compose de trois parties :

- La première partie concerne des simulations thermiques menées sur le radier général de l'enceinte afin de connaître les champs de température au jeune âge au sein des éléments massifs du radier.
- La seconde partie explique la démarche expérimentale réalisée sur des éprouvettes de béton B11.
- La troisième partie consiste à traiter et analyser les résultats des comportements du béton vis-à-vis de la RSI, ainsi que l'influence des gonflements dus à la RSI sur les

caractéristiques mécaniques et les propriétés de transfert du béton. Enfin, une synthèse du comportement du béton du radier est présentée.

## **II.2. Simulation de l'échauffement au jeune âge du radier général d'une enceinte de confinement**

L'objectif de ces simulations est de prédire les champs de température créés durant les premières heures qui suivent le coulage du béton lors de la phase de construction du radier général de l'enceinte. Le radier représente une structure massive typique dans laquelle la chaleur dégagée au jeune âge peut être préjudiciable. En effet, elle pourrait provoquer des élévations considérables de température conduisant potentiellement au développement ultérieur d'une RSI.

Pour cela, des simulations numériques de types éléments finis à l'aide du code de calcul *Cast3m* [Cast3m, 2009] (développé par le Commissariat à l'Energie Atomique) ont été mises en œuvre et sont décrites dans cette section. Le modèle utilisé est celui développé par [Benboudjema et Torrenti, 2008], et a déjà été utilisé dans le cas des enceintes de confinement.

### **II.2.1. Modèle thermo-chimique**

L'évolution de la température du béton au jeune âge est obtenue par résolution de l'équation de chaleur qui inclut le dégagement de chaleur dû à l'hydratation :

$$C\dot{T} = \nabla(k\nabla T) + L\dot{\xi} \quad (\text{II-1})$$

où  $\xi$  est le degré d'hydratation,  $T$  est la température [K],  $k$  est le coefficient de conduction thermique [ $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ],  $L$  est la chaleur latente d'hydratation [ $\text{J}\cdot\text{m}^{-3}$ ] et  $C$  est la capacité thermique volumique [ $\text{J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$ ] qui peut être considérée comme constante au cours du temps [Waller, 2000].

Ensuite, une relation de type Arrhenius est utilisée pour prendre en compte le processus de thermo-activation dû à l'hydratation du ciment [Ulm et Coussy, 1998] :



$$\frac{d\xi}{dt} = \tilde{A}(\xi) \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (\text{II-2})$$

où  $E_a$  est l'énergie d'activation du ciment [ $\text{J.mol}^{-1}$ ],  $R$  est la constante des gaz parfaits [ $8,3145 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ ] et  $\tilde{A}(\xi)$  est l'affinité chimique normalisée exprimée par une relation polynomiale :

$$\tilde{A}(\xi) = a + b\xi + c\xi^2 + d\xi^3 + e\xi^4 + f\xi^5 + g\xi^6 \quad (\text{II-3})$$

où  $a, b, c, d, e, f$  et  $g$  sont des paramètres issus de l'analyse d'un essai semi-adiabatique réalisé sur un béton proche des bétons utilisés dans les ouvrages nucléaires [Briffaut et al, 2011].

Les conditions aux limites sont de type convectif. Le flux de chaleur  $\varphi$  s'écrit sous la forme suivante :

$$\varphi = h(T_s - T_{\text{ext}})n \quad (\text{II-4})$$

où  $h$  est le coefficient d'échange par convection [ $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ],  $T_s$  est la température à la surface [K],  $T_{\text{ext}}$  est la température ambiante [K] et  $n$  est le vecteur unitaire normal à la surface.

## II.2.2. Structure à modéliser - maillage

L'enceinte de confinement est constituée de deux enveloppes : une paroi interne en béton précontraint et une paroi externe en béton armé. Elles reposent sur un radier général commun en béton armé. Sa géométrie complète est présentée dans la Figure II.1.

Il s'agit de modéliser le radier qui supporte l'enceinte ainsi que les structures internes. Il est constitué d'une épaisseur de 3 m de béton armé (niveau de la sous-face -6,00 m). Le radier comporte à sa périphérie une galerie permettant l'ancrage des câbles de précontrainte verticaux. La galerie de précontrainte est une galerie désolidarisée du radier, de dimensions intérieures 2,20 m  $\times$  2,60 m, dont le niveau de la sous-face est -9,10 m. Cette galerie ne communique pas avec l'espace entre-parois mais est accessible par l'intermédiaire du puits d'accès débouchant à l'extérieur du bâtiment réacteur.

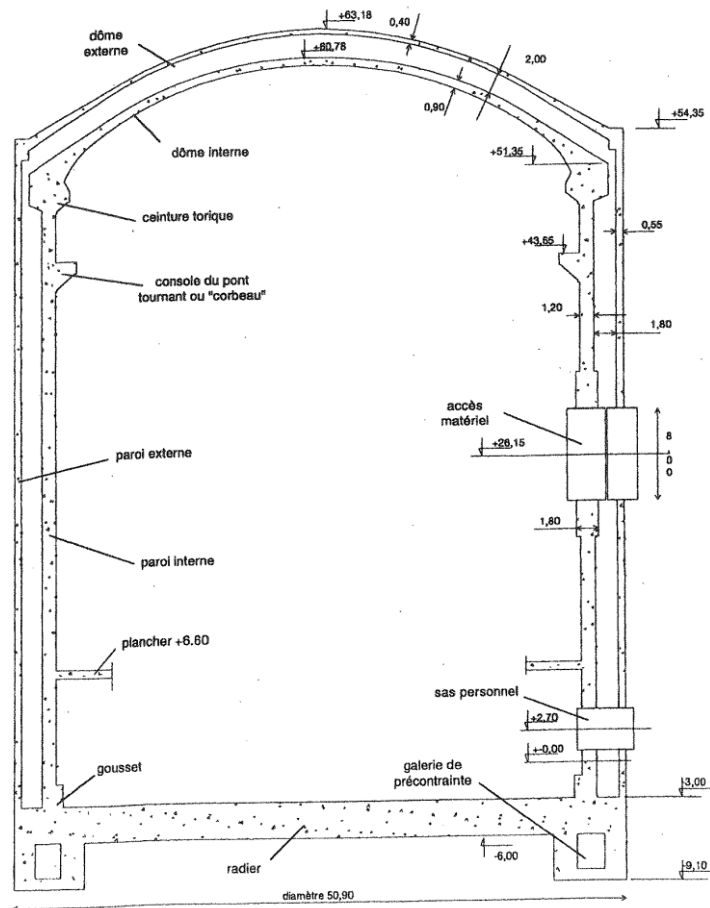


Figure II.1 : coupe verticale de l'enceinte de confinement

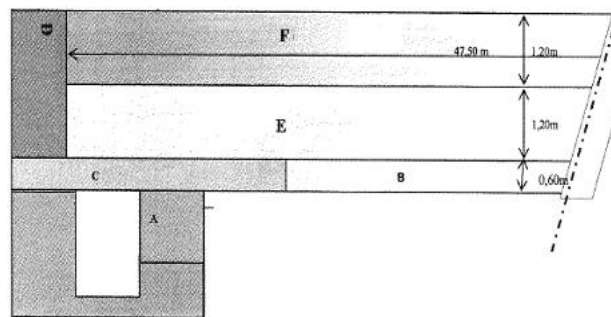


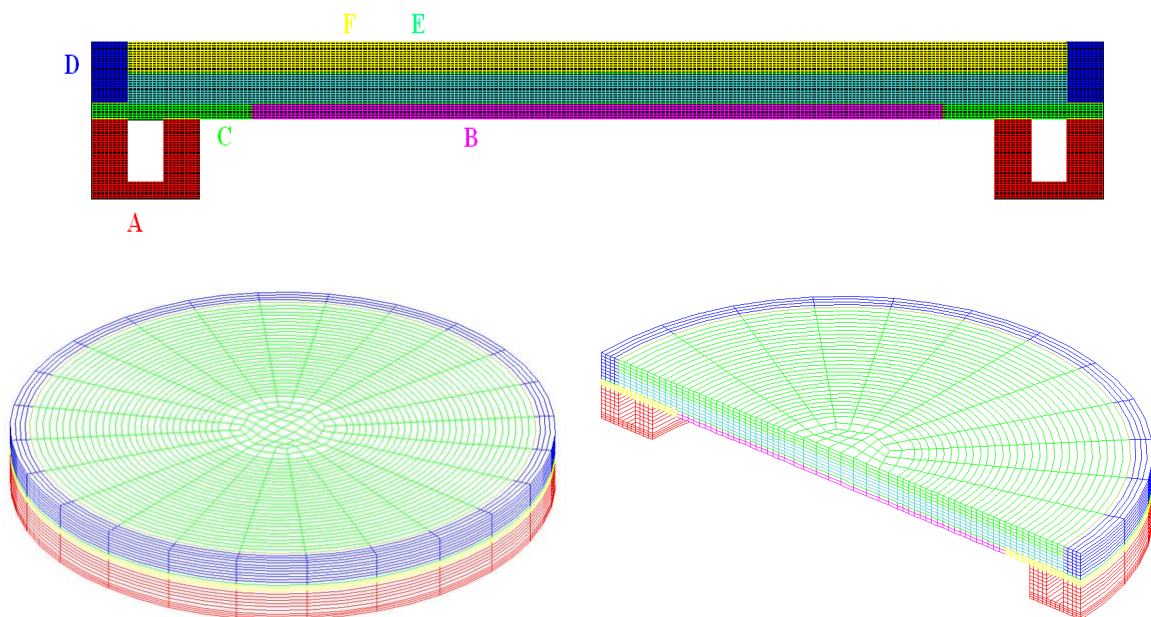
Figure II.2 : coupe verticale du radier, plots de bétonnage

Le bétonnage du radier est réalisé en six plots (A, B, C, D, E et F). Une coupe verticale de sa géométrie est donnée par la Figure II.2. Nous avons opté pour une modélisation 3D dont le maillage est donné dans la Figure II.3. Le calcul réalisé prend en compte un phasage de coulage réaliste : chaque plot de bétonnage est découpé en plusieurs couches, de façon que chacune soit coulée en une durée égale à une heure. La vitesse du coulage est prise égale à

100 m<sup>3</sup>/h. Les paramètres d'entrée des simulations sont présentés dans le Tableau II.1. La température extérieure est prise égale à 20°C.

<i>Paramètre</i>	<i>Valeur</i>
$\rho_{\text{béton}}$	2423 Kg/m <sup>3</sup>
C	2400 Kj/(°C.m <sup>3</sup> )
k	2,8 W/(m.K)
E <sub>a</sub>	45729,75 J/mol
R	8,3145 J/(K.mol)
h	12,5W/(m <sup>2</sup> .K)
L	117840 KJ/m <sup>3</sup>
a	64,417
b	18042
c	-94620
d	215819
e	-280339
f	208172
g	-67901

**Tableau II.1 : valeurs des paramètres utilisées dans les simulations**



**Figure II.3 : maillage du radier**

Deux calculs ont été menés. La température du béton à l'état frais étant inconnue, un premier calcul a été effectué en prenant une valeur de celle-ci égale à 25°C pour tous les plots de bétonnage. Dans un second temps, un autre calcul a été réalisé en tenant compte des données reçues sur les températures maximales réellement mesurées dans les bétons frais des différents plots. Ces données sont présentées par le Tableau II.2.

<i>Plot</i>	<i>T<sub>max</sub> béton frais (°C)</i>
A	17
B	20
C	20
D	20
E	24
F	27

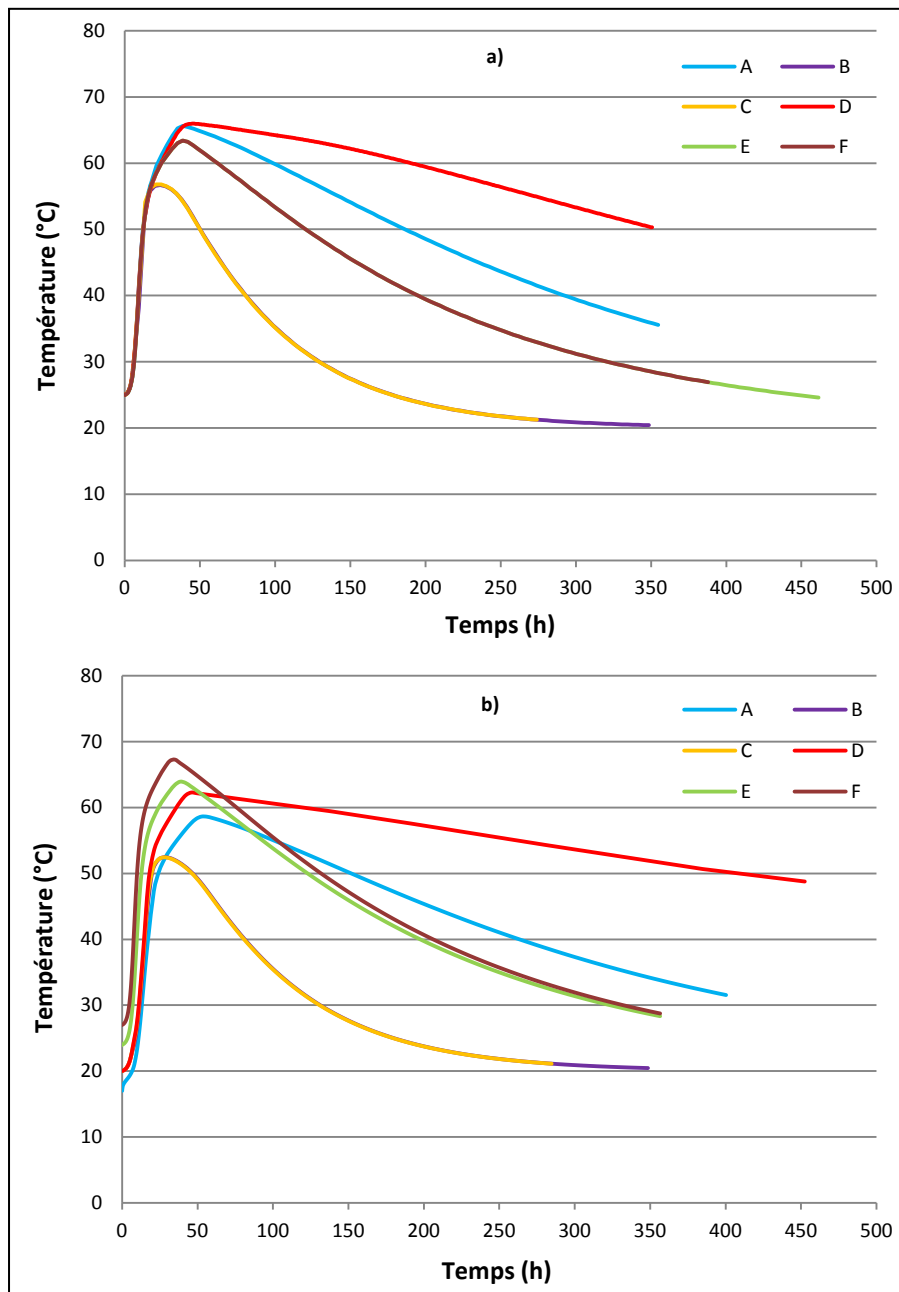
**Tableau II.2 : températures des bétons mesurées à l'état frais dans les différents plots du radier**

### II.2.3. Réponse thermique du radier

L'évolution de la température du béton dans les différents plots du radier est représentée dans la Figure II.4. Les résultats montrent que, dans le cas d'une température à l'état frais du béton de 25°C, certains plots subissent des échauffements importants, surtout les plots *A*, *D*, *E* et *F* où la température maximale atteinte dépasse une valeur de 60°C. L'échauffement le plus important correspond au cœur du plot *D*. La température à l'intérieur de ce plot atteint une valeur maximale égale à 66°C. De plus, la durée de maintien de la température à des valeurs élevées (au dessus de 60°C) est importante (environ 6 jours), et la vitesse de la phase de refroidissement semble être faible. La chaleur est lentement dégagée vers l'extérieur. Un exemple de champs de température dans ce plot est présenté dans la Figure II.5. De plus, la Figure II.6 montre la différence entre un calcul effectué en prenant en compte un phasage dans le coulage et celui en réalisant un coulage en une seule phase. Par contre, la chaleur développée dans les plots *B* et *C* est rapidement dégagée vers l'extérieur, et ne provoque pas des élévations significatives de température (du fait des faibles épaisseurs de ces plots).

D'autre part, les simulations réalisées en tenant compte de la différence des températures du béton à l'état frais, montrent que l'élévation la plus importante de la température correspond au plot *F*. La température dans ce plot atteint une valeur maximale de 67°C, et la durée de maintien au-delà de 60°C est de l'ordre de 2 jours. La température du béton à l'état frais dans

ce plot est égale à 27°C. Cela est vraisemblablement dû à un coulage dans une période estivale.



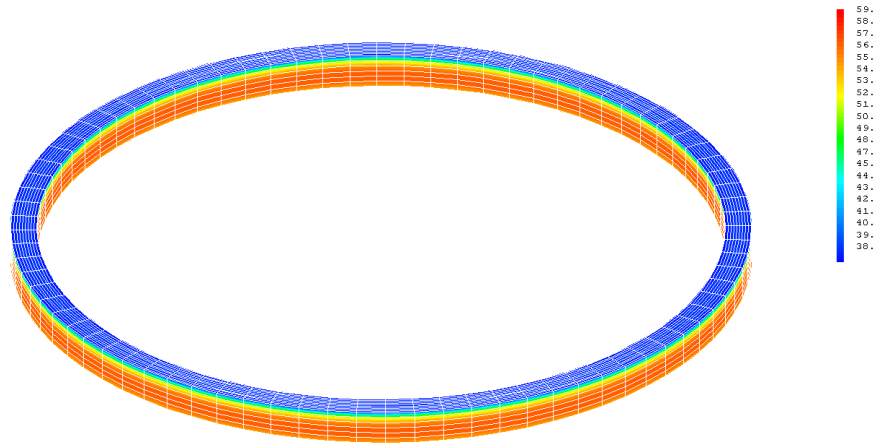


Figure II.5 : champs de température dans le radier – cas du plot D

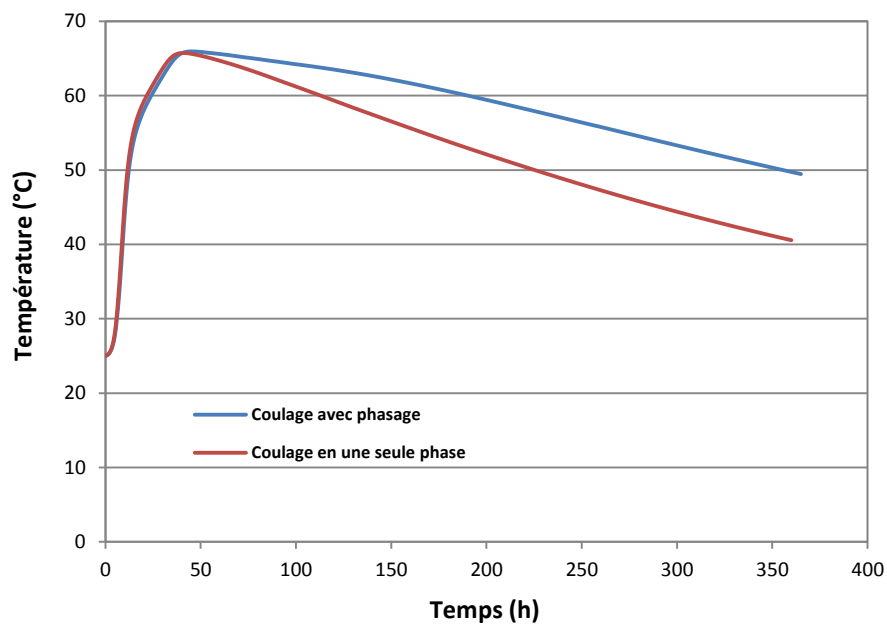


Figure II.6 : évolution maximale de la température dans le plot D pour une température à l'état frais de 25°C, comparaison entre deux calculs : coulage avec phasage et coulage en une seule phase

## II.2.4. Conclusion

L'étude numérique de la réponse thermique du radier général de l'enceinte de confinement d'une centrale nucléaire montre que la température du béton atteint des valeurs élevées durant les premières heures qui suivent le coulage lors de la phase de la construction du radier. Les températures atteintes et la durée de maintien à une température supérieure à 60°C justifient d'étudier le risque RSI pour le béton des enceintes. En conséquence, le

traitement issu de ce calcul numérique fera l'objet d'une application expérimentale afin de prédire le risque de développement d'une RSI et de ses conséquences dans le béton du radier.

## **II.3. Programme expérimental**

La présente section expose l'ensemble de la démarche expérimentale qui a été retenue pour mener à bien cette étude. Dans un premier temps, nous présenterons la composition, la fabrication et la conservation de nos matériaux. Ensuite, nous décrirons les différentes techniques expérimentales de suivi des échantillons de manière à fournir des informations précises concernant l'évolution de certaines grandeurs physiques des bétons au cours du temps.

### **II.3.1. Formulation du béton du radier**

La formulation du béton B11 utilisé au cours de cette étude se compose :

- d'un ciment Portland composé CEM II/A-LL 42,5 R, dont la composition chimique et les constituants, ainsi que la composition minéralogique du clinker (obtenue par calcul de type Bogue), sont répertoriés par le Tableau II.3, le Tableau II.4 et le Tableau II.5. Ces compositions sont issues d'une analyse du ciment au sein du laboratoire ;
- de granulats calcaires (calcaire de Rochereau) ayant trois coupures granulaires 0-5 mm (sable), 5-12,5 mm et 12,5-20 mm (gravillons), et qui ont été séchés avant fabrication du béton ;
- d'un plastifiant réducteur d'eau à haute performance (plastiment HP) dosé à 0,35% du poids du ciment.

<i>Constituant</i>	<i>% massique</i>
SiO <sub>2</sub>	19,37
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,58
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,06
TiO <sub>2</sub>	0,28
MnO	0,07
CaO	63,66
MgO	1,30
SO <sub>3</sub>	2,87
K <sub>2</sub> O	1,20
Na <sub>2</sub> O	0,15
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,50
Na <sub>2</sub> O <sub>éq</sub>	0,96
S <sup>2-</sup>	<0,02
Cl <sup>2-</sup>	0,03
Perte au feu à 1140°C	3,85
Résidu insoluble	1,04

**Tableau II.3 : composition chimique du ciment CEM II/A-LL 42,5 R**

<i>Constituant</i>	<i>% massique</i>
Clinker	92
Calcaire	6
Autre	2

**Tableau II.4 : constituants du ciment CEM II/A-LL 42,5 R**

<i>Constituant</i>	<i>% massique</i>
C <sub>3</sub> S	65,7
C <sub>2</sub> S	9,8
C <sub>3</sub> A	7,4
C <sub>4</sub> AF	11,4

**Tableau II.5 : composition minéralogique du clinker**

La formule de ce béton comprend un dosage en ciment de 350 kg/m<sup>3</sup> et un rapport E/C de 0,57. Les proportions massiques de ses constituants sont données dans le Tableau II.6.



<i>Matériau</i>	<i>Dosage kg/m<sup>3</sup></i>
Ciment CEM II/A-LL	350
Sable calcaire 0/5	772
Granulat calcaire 5/12,5	316
Granulat calcaire 12,5/20	784
Eau totale	201
Plastifiant	1,225

**Tableau II.6 : formulation du béton B11**

### II.3.2. Fabrication des éprouvettes

Les protocoles de fabrication des éprouvettes de béton correspondent aux normes françaises NF P 18-400 [NF P 18-400, 1981] et NF P 18-422 [NF P 18-422, 1981]. Les matériaux sont malaxés à sec durant 1 minute. Ensuite, l'eau de gâchage contenant 1/3 du plastifiant est introduite dans le malaxeur pendant 30 secondes et un malaxage durant 2 minutes et 30 secondes est poursuivi. Enfin, le reste du plastifiant est versé dans le mélange et une poursuite du malaxage pendant 1 minute et 30 secondes est réalisée.

Les bétons sont mis en place dans des moules cylindriques de diamètre 11 cm et de hauteur 22 cm, et sont vibrés à l'aide d'une aiguille vibrante durant un temps déterminé en fonction de l'affaissement du béton frais mesuré au cône d'Abrams. Pour éviter une dessiccation du béton au cours de l'hydratation du ciment, le moule de chaque éprouvette doit être recouvert par un couvercle dès la fin de la mise en place du béton.

### II.3.3. Traitement thermique

Après coulage, une série d'éprouvettes de béton subit, dans une enceinte climatique, un traitement thermique en adéquation avec les résultats des simulations numériques. Dans un premier temps, l'échauffement appliqué est issu du cycle thermique suivi par le béton du plot *D*, et obtenu par le calcul numérique en supposant que la température du béton à l'état frais est égale à 25°C. La température maximale dans ce cycle atteint une valeur de 66°C. Cependant, celle-ci a été augmentée dans des proportions acceptables pour atteindre 70°C dans le but d'assurer l'exposition des bétons aux conditions les plus sévères compte tenu des problèmes de variabilité évoqués ci-après. Torrenti [Torrenti et Bruffo-Lacarrière, 2010] a étudié l'influence de certains paramètres (température extérieure, chaleur d'hydratation du béton et moment du décoffrage) sur la variabilité du champ de température générée par

l'hydratation du ciment dans une structure de béton au jeune âge, surtout sur la température maximale, sur l'élévation maximale de la température et sur l'écart maximal entre la peau et le cœur de la structure. Il constate que l'élévation de la température varie d'une manière importante sous l'effet de la variabilité combinée de deux paramètres : la température extérieure (implicitement la température initiale du béton puisqu'elles sont corrélées) et la chaleur d'hydratation du béton. À titre d'exemple, en cumulant les effets dus à la variation de la chaleur du ciment et de son dosage, on obtient une erreur maximale de 15%, soit de 7°C dans notre cas, sur l'élévation de température. De ce fait, le taux d'augmentation choisi pour la température maximale de notre traitement thermique (4°C soit environ 8%) est acceptable.

De plus, la phase de refroidissement du traitement thermique a été accélérée à partir de 60°C et la température a été progressivement ramenée à 25°C avec une vitesse de refroidissement fixée à -0,25°C/h. Il s'agit d'une valeur suffisamment faible pour éviter la fissuration des corps d'épreuve par choc thermique. La durée totale du traitement est de 18 jours (Figure II.7). Ainsi, le traitement thermique appliqué débute par une phase de chauffe durant laquelle les éprouvettes de béton subissent une montée de température de 25°C à 70°C pendant 54 heures, suivie d'une phase de descente en température de 70°C à 60°C durant 9 jours. Le traitement thermique est achevé par la phase de refroidissement qui a été accélérée jusqu'à l'âge de 18 jours.

Afin de maîtriser les conditions thermiques et hydriques imposées aux éprouvettes, les couvercles sont restés sur les moules pour permettre de limiter la dessiccation du béton, et l'humidité relative de l'enceinte est maintenue proche de la saturation tout au long de l'étuvage. Pour cela, l'humidité dans l'enceinte est programmée à la valeur maximale (HR 98%).

Dans un second temps, après avoir observé des gonflements non négligeables (les résultats seront présentés plus loin) dans le B11 qui a subi ce traitement (avec une température maximale égale à 70°C), il a été décidé de lancer une étude identique en appliquant le cycle thermique issu du calcul numérique du plot *D*, mais sans modifier la température maximale atteinte (Figure II.7). L'objectif de cette étude est de prédire le comportement de ce béton après avoir subi un traitement thermique dont la température maximale ne dépasse pas une valeur de 66°C.

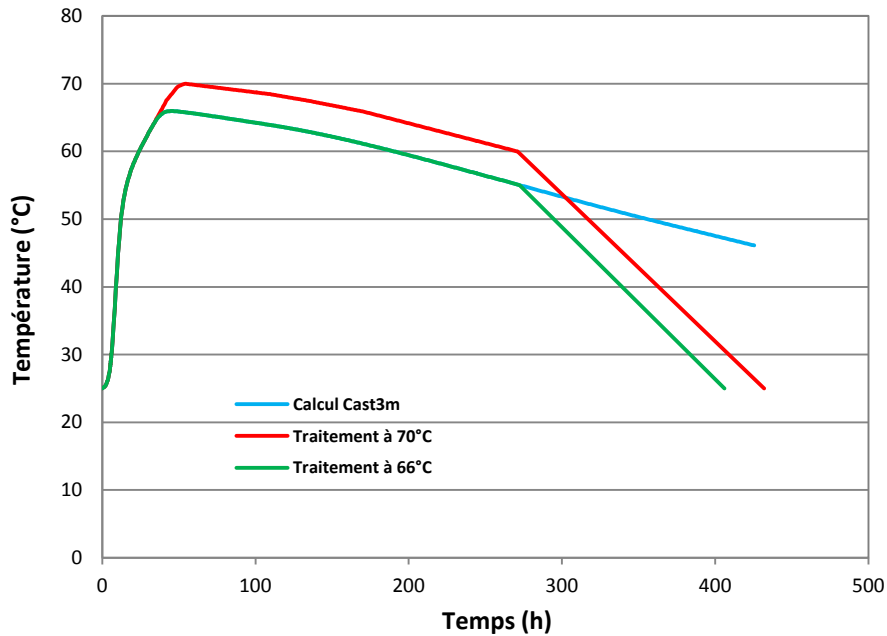


Figure II.7 : évolution de la température au cours des traitements thermiques

En fin de traitement thermique, les éprouvettes de béton sont démoulées puis placées dans une salle à 38°C et HR < 30% en vue de débiter la phase de séchage et d'humidification (détaillée ci-après). Le délai entre la fin du traitement thermique et le début du séchage n'excède pas une heure.

De plus, afin de disposer de béton témoin effectivement non réactif, certaines éprouvettes n'ont pas été soumises à la cure thermique pour être utilisées comme référence. Ces éprouvettes ont été démoulées 48 heures après coulage pour être ensuite immergées continuellement dans l'eau.

### II.3.4. Cycles de séchage et d'humidification

Ces cycles sont appliqués sur des éprouvettes ayant subi les traitements thermiques décrits précédemment. Le principe consiste à appliquer deux cycles de séchage et d'humidification conformes à la méthode d'essai LPC n°66 [Méthodes d'essai des lpc n°66, 2007]. L'objectif de ces cycles est d'augmenter la cinétique de la réaction sans affecter les conditions de déclenchement. Chaque cycle dure 14 jours et est composé de deux phases : un séchage pendant 7 jours à  $38 \pm 2^\circ\text{C}$  et HR < 30% suivi d'une immersion pendant 7 jours dans de l'eau du réseau à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  (Figure II.8).

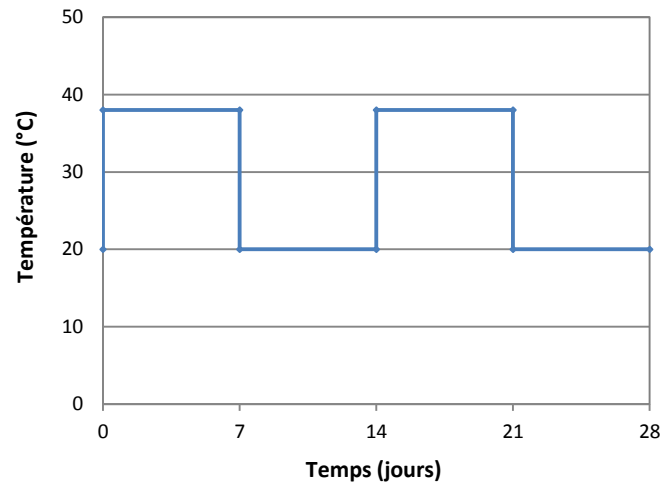


Figure II.8 : variation de la température pendant les deux cycles de séchage et d'humidification

### II.3.5. Conditionnement des éprouvettes

Lors de la synthèse bibliographique, nous avons vu que les conditions de conservation des éprouvettes jouent un rôle important sur l'occurrence de la RSI, ainsi que sur les cinétiques d'apparition. Une exposition à un environnement humide est nécessaire pour le développement de la pathologie.

Ainsi, lors de notre programme expérimental, les éprouvettes sur lesquelles sont appliqués les traitements thermiques et les cycles de séchage et d'humidification ont été immergées définitivement dans l'eau à 20°C. L'immersion est faite, une fois les cycles terminés, dans des boîtes hermétiques individuelles en plastique (Figure II.9). Pour limiter la lixiviation du béton, la solution d'immersion n'a jamais été renouvelée, et les dimensions des boîtes sont légèrement supérieures à celles des éprouvettes afin de minimiser la quantité d'eau nécessaire à leur immersion. Le niveau de la solution d'immersion est contrôlé régulièrement et ajusté si nécessaire par un faible ajout d'eau pour immerger totalement les éprouvettes pendant toute la durée d'immersion. Les boîtes sont équipées de couvercles limitant l'évaporation de l'eau au cours du temps.

De plus, les éprouvettes qui n'ont pas subi le traitement thermique ont été également immergées dans l'eau. Ces éprouvettes sont démoulées 48 heures après coulage et l'immersion est faite immédiatement après le démoulage.



**Figure II.9 : conservation des éprouvettes dans l'eau**

D'autre part, d'autres éprouvettes soumises au traitement thermique, dont la température maximale atteint 70°C, ont été isolées de l'extérieur par l'application sur chacune de 3 couches d'aluminium autocollant sur leur surface (Figure II.10). Ceci permet d'arrêter les échanges hydriques avec l'extérieur. Ces éprouvettes sont maintenues dans l'air à 20°C. Il est à noter que ces éprouvettes n'ont pas subi les cycles de séchage et d'humidification, mais ont été démoulées puis recouvertes par les couches d'aluminium immédiatement après traitement thermique.



**Figure II.10 : isolement du béton par des couches d'aluminium**

Finalement, on distingue quatre groupes d'éprouvettes de B11 référencées comme suit :

- *B11-T70-Im* et *B11-T66-Im* pour les éprouvettes qui ont été soumises aux traitements thermiques dont les valeurs de température maximale atteignent respectivement 70°C et 66°C, aux cycles de séchage et d'humidification, et qui ont été immergées en permanence dans l'eau (Im = immergé);
- *B11-nt-Im* pour les éprouvettes non soumises au traitement thermique et immergées en permanence dans l'eau (nt = non traité);

- *B11-T70-Is* pour les éprouvettes soumises au traitement thermique ( $T_{\max}$  égale à 70°C), isolées de l'extérieur et maintenue dans l'air à 20°C (Is = isolé).

### **II.3.6. Procédures de suivi des corps d'épreuve**

Durant leur conservation, plusieurs mesures expérimentales ont été réalisées périodiquement sur les échantillons de béton afin de suivre des grandeurs pertinentes vis-à-vis la formation différée d'ettringite. La conservation et le suivi sont réalisés dans une salle dont la température est régulée à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

Une première famille d'éprouvettes munies de plots (collage de plots détaillé ci-après) est suivie en termes de masse, allongement et module dynamique. Ces suivis sont effectués aux mêmes échéances. Dans un premier temps, la fréquence du suivi est fixée par défaut à une fois par semaine. Par la suite, si l'évolution des éprouvettes au cours du temps montre un ralentissement de ces grandeurs, cette période passe à deux semaines voire un mois. Pour chaque condition de conservation, chaque valeur de la grandeur mesurée sur le béton correspondant est issue de la moyenne des valeurs mesurées sur trois échantillons. Ces mesures sont réalisées en suivant les méthodes d'essai des LPC n°66 et n°67 [Méthodes d'essai des lpc n°66, 2007 ; Méthodes d'essai des lpc n°67, 2009].

En complément de ces suivis, et afin d'apporter des informations supplémentaires sur le comportement du béton, une seconde série d'éprouvettes est dédiée au suivi des performances mécaniques par des essais destructifs, au cours desquels sont mesurés la résistance en compression et le module d'Young.

Enfin, une dernière famille d'éprouvettes est utilisée pour réaliser un suivi des propriétés de transfert en termes de perméabilité au gaz et de porosité accessible à l'eau. Ces essais, ainsi que les essais mécaniques destructifs, ont été réalisés uniquement sur les bétons B11-T70-Im et B11-T66-Im. Les échéances de suivi sont choisies aux différents stades de l'évolution de la pathologie. Il a été décidé de choisir les échéances de 28, 90, 180, 390 et 640 jours.

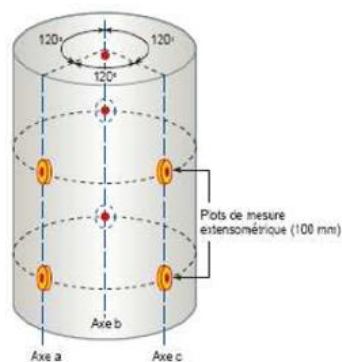
#### **II.3.6.1. Suivi de masse**

Le phénomène pouvant durer plusieurs années avant d'atteindre un état stable, la variation de la masse au cours du temps est une grandeur nécessaire à suivre afin de déterminer la quantité d'eau apportée à l'éprouvette pendant sa conservation.

Ce suivi s'obtient par pesée de l'éprouvette à l'aide d'une balance de précision à 0,1 gramme près. Pour leur pesée, les éprouvettes immergées sont extraites de l'eau et sont ruisselantes. Ainsi, afin de réduire l'incertitude liée à la masse d'eau présente sur la surface de l'éprouvette, cette dernière est éliminée à l'aide d'un tissu humide avant de procéder à la pesée.

### II.3.6.2. Suivi de l'expansion

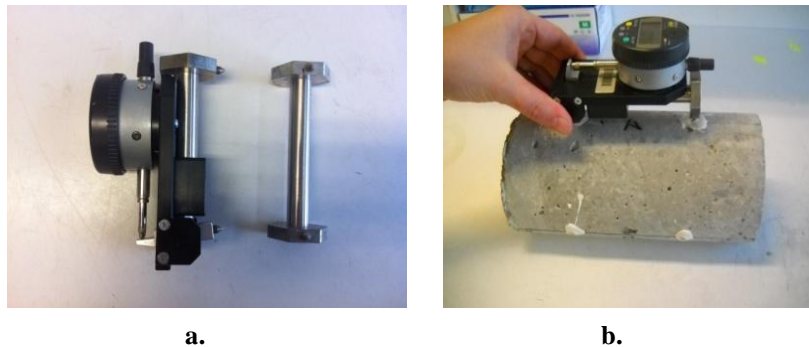
Dans le but de caractériser les dommages causés par la formation différée de l'ettringite, l'expansion est la grandeur la plus utile à suivre. Ce suivi se base sur des mesures de déformation longitudinale des éprouvettes de béton au cours du temps. Les mesures sont effectuées à l'aide d'un extensomètre à pointeaux de résolution inférieure au micromètre. Six plots sont collés sur chacune des éprouvettes. Ces plots sont orientés par paire suivant la hauteur de l'éprouvette pour représenter une génératrice, et sont fixés à égale distance de la mi-hauteur. Les trois génératrices ainsi collées sont équidistantes de  $120^\circ$  suivant la circonférence de l'éprouvette (Figure II.11). La distance initiale qui sépare deux plots d'une même génératrice est fixée à 10 cm et est ajustée par comparaison avec une barre étalon. C'est la variation de cette longueur au cours du temps qui permet d'évaluer l'expansion de l'éprouvette.



**Figure II.11 : représentation d'une éprouvette cylindrique 11×22 équipée de trois séries de plots collés longitudinalement suivant trois génératrices de  $120^\circ$**

L'estimation de la déformation est obtenue en comparant la mesure de l'espacement des plots à celle de la barre étalon. Ceci permet de limiter les incertitudes de mesure. La différence entre l'espacement absolu à un instant donné et l'espacement initial fournit l'allongement d'une génératrice (Figure II.12). La moyenne des allongements mesurés sur chacune des trois génératrices fournit l'expansion d'une éprouvette. La moyenne des expansions mesurées sur

trois éprouvettes d'un même conditionnement donne l'expansion moyenne du béton correspondant.



**Figure II.12 : extensomètre et sa barre étalon (a), mesure dimensionnelle sur éprouvette de béton (b)**

### **II.3.6.3. Suivi de module dynamique**

Pour évaluer l'endommagement résultant de l'expansion des éprouvettes de béton au cours du temps, une méthode de caractérisation mécanique non destructive, basée sur la mesure de la fréquence de résonance d'une onde se propageant longitudinalement dans l'éprouvette, fournit une détermination du module d'élasticité dynamique. Il s'agit d'une grandeur proche du module d'Young, qui traduit la raideur du matériau.

Ce suivi est réalisé à l'aide d'un prototype nommé « FDR » qui mesure et enregistre les oscillations d'un signal via un accéléromètre. Le spectre fréquentiel est obtenu par transformée de Fourier du signal enregistré. La position des différents pics de ce spectre détermine les différents modes principaux d'oscillation. La méthode de cet essai se rapproche de celle décrite dans la norme NF EN 14146 [NF EN 14146, 2004] dont le domaine d'emploi concerne les pierres naturelles. Ce prototype a été déjà utilisé dans les travaux de [Brunetaud, 2005].

Le principe de cette mesure consiste à appliquer une impulsion par l'impact d'un marteau au centre d'une des deux bases de l'éprouvette cylindrique de béton, de manière à l'exciter dans son mode longitudinal pour ensuite vibrer librement (Figure II.13). Le signal est recueilli par un accéléromètre placé au centre de la base opposée à la base d'impact. Un gel favorisant la propagation des ondes est déposé à l'interface entre l'accéléromètre et l'éprouvette. L'éprouvette est positionnée sur un support parfaitement absorbant pour limiter les interférences susceptibles de modifier les oscillations. Le logiciel du prototype recueille le signal et fournit un spectre fréquentiel des oscillations. La fréquence propre est définie par le



premier mode de résonance. La position du premier pic correspond donc à la fréquence propre de résonance longitudinale (Figure II.14). Cette fréquence est reliée à la géométrie et aux caractéristiques mécaniques de l'éprouvette par la relation suivante :

$$f_{longi} = \frac{1}{2L} \sqrt{\frac{E_{dyn}}{\rho}} \quad (II-5)$$

où  $f_{longi}$  est la fréquence propre de résonance longitudinale [ $s^{-1}$ ],  $L$  est la hauteur de l'éprouvette [m],  $E_{dyn}$  est le module dynamique de déformation longitudinale [Pa] et  $\rho$  est la masse volumique du béton de l'éprouvette [ $kg/m^3$ ]. La masse volumique et la hauteur à un instant donné sont obtenues à partir des mesures de masse, de dimensions initiales et de mesures de gonflement sous l'hypothèse d'un gonflement isotrope.



**Figure II.13 : dispositif de mesure du module dynamique**

Cette relation suppose une propagation plane de l'onde sans tenir compte des réflexions sur la surface latérale. En fait, les réflexions existent mais ne modifient pas significativement la valeur de la première fréquence d'oscillation longitudinale.

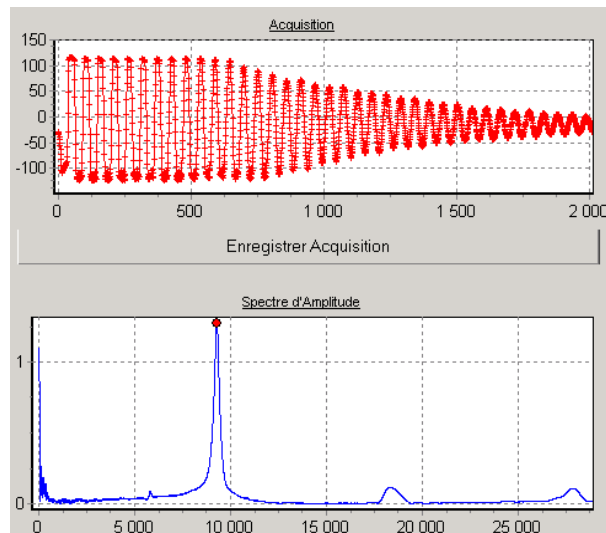


Figure II.14 : spectre fréquentiel généré par le FDR

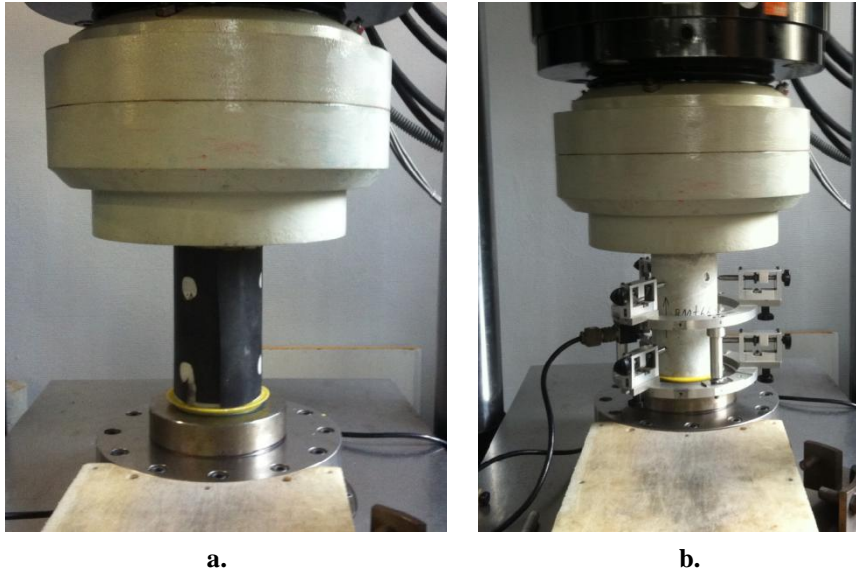
#### II.3.6.4. Caractérisation mécanique par essais destructifs : suivi de la résistance en compression et du module d'Young

Lors de la formation différée d'ettringite, des pressions internes non négligeables s'exercent sur la pâte de ciment engendrant des fissurations et des désordres plus ou moins importants dans le matériau. Les caractéristiques mécaniques du béton se trouvent ainsi altérées. Il est donc attendu que le gonflement induit par la RSI engendre une diminution des performances mécaniques. En effet, il a souvent été mentionné dans la littérature que la résistance du béton diminuait après développement d'une RSI. Il semble ainsi judicieux d'évaluer le comportement mécanique du B11 atteint de RSI.

La performance la plus recherchée pour le béton est souvent sa bonne résistance à la compression, qui est généralement considérée comme le paramètre principal dans la conception des ouvrages. Ce paramètre, même s'il n'est pas directement lié à la notion de durabilité, reste indispensable pour une bonne connaissance du matériau et pour l'évaluation de sa qualité et de sa résistance vis-à-vis les dégradations. Plusieurs études ont montré une chute de la résistance en compression suite aux gonflements générés par la RSI [Brunetaud, 2005 ; Pavoine, 2003].

Il s'agit dans cette campagne expérimentale de déterminer, par des essais destructifs, la résistance en compression et le module d'Young statique du béton. Ces essais sont réalisés uniquement sur les bétons B11-T70-Im et B11-T66-Im. Le déroulement de l'essai consiste dans un premier temps à réaliser un surfaçage des éprouvettes cylindriques (surfaçage au

mortier de soufre), de manière à assurer la planéité et le parallélisme de leurs faces supérieures et inférieures afin d'assurer un transfert uniforme des efforts entre la presse et les éprouvettes. Ensuite, une éprouvette est chargée en compression jusqu'à rupture dans le but de déterminer la résistance en compression du béton (Figure II.15-a).



**Figure II.15 : essai de compression : mesure de résistance à la rupture (a), mesure du module d'Young (b)**

Une fois la résistance à la rupture connue, une deuxième éprouvette est utilisée pour déterminer le module d'Young statique. Celle-ci est équipée d'un extensomètre muni de trois capteurs de déplacements longitudinaux disposés à  $120^\circ$  sur la circonférence de l'échantillon et fixé sur une couronne métallique, elle-même fixée sur l'éprouvette par des vis pointeaux (Figure II.15-b). Le principe consiste à appliquer trois cycles de chargement-déchargement entre 5% et 30% de la charge à rupture en compression et de tracer ensuite la courbe contrainte-déformation (Figure II.16). Ces cycles sont appliqués dans le domaine élastique du comportement du béton. Le module d'Young du béton correspondant est déterminé à partir de la valeur moyenne des modules mesurés sur les trois cycles, en faisant une régression linéaire de la courbe. L'éprouvette est enfin chargée jusqu'à rupture [NF EN 12390, 2003].

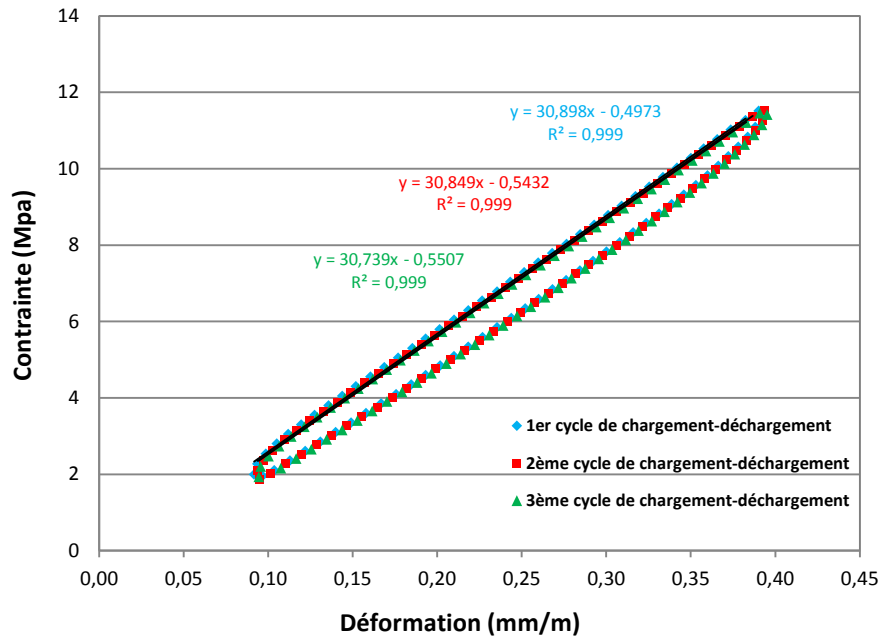


Figure II.16 : exemple d'un diagramme contrainte-déformation - cas du B11-nt-Im à 28 jours

### II.3.6.5. Suivi des indicateurs de durabilité

La durabilité du béton est très souvent liée à son aptitude à résister à la pénétration des agents agressifs dans son réseau poreux. Ceci signifie que les propriétés de transfert du béton vont jouer un rôle clé dans l'évaluation et la prévision de sa durabilité. Tout mécanisme de dégradation, même interne au béton, est susceptible d'entraîner des modifications dans la microstructure (fissuration du béton, création d'une nouvelle porosité). Ainsi, cela affecte vraisemblablement ses propriétés de transfert et conduit à la diminution de sa durabilité.

La structure poreuse du béton est constituée de pores capillaires et de pores d'hydrates. Les pores capillaires, les plus gros, influencent fortement les propriétés de transfert du béton, surtout lorsqu'ils sont interconnectés. La recherche d'une forte compacité sera toujours une condition nécessaire pour une bonne durabilité.

Compte tenu de ce contexte, parmi les grandeurs physiques permettant de caractériser les propriétés de transfert des bétons, nous nous sommes intéressés dans nos essais au suivi de deux paramètres : la porosité accessible à l'eau et la perméabilité au gaz. Ces deux grandeurs sont des indicateurs de durabilité dans l'approche performantielle développée par le LCPC [LCPC, 2009].

### **II.3.6.5.1 Porosité accessible à l'eau**

Les propriétés de transfert du béton dépendent de sa porosité, notamment de sa porosité ouverte interconnectée qui autorise la pénétration des agents agressifs extérieurs dans le béton.

Dans nos campagnes expérimentales, la mesure de la porosité accessible à l'eau est faite en se basant sur la norme NF P18-459 [NF P18-459, 2010]. L'essai nécessite de réaliser les pesées suivantes : pesées, dans l'air et dans l'eau, du matériau après avoir subi une imbibition dans l'eau sous vide sous une pression inférieure à 25 mbar pendant 48 heures, et une pesée de ce même matériau séché à 105°C jusqu'à stabilisation de la masse, c'est-à-dire lorsque deux pesées consécutives espacées de 24 heures ne diffèrent pas de plus de 0,05%.

### **II.3.6.5.2 Perméabilité au gaz**

La perméabilité  $k$  d'un matériau poreux est définie par la relation de Darcy qui exprime le débit volumique  $Q$  d'un fluide de viscosité  $\mu$  qui traverse une épaisseur  $dx$  de matériau de section apparente  $A$  sous la différence de pression  $dP$  :

$$Q = \frac{K}{\mu} A \frac{dP}{dx} \quad (\text{II-6})$$

Lors de la synthèse bibliographique, nous avons vu que la perméabilité du béton est fortement affectée par son état de (micro)fissuration, lui-même influencé par les différents types de sollicitations appliquées sur le béton. Les fissures engendrées par la formation différée d'ettringite dans un béton, surtout dans le cas de potentiels de gonflement non négligeables, pourraient augmenter et interconnecter les chemins de percolation, et ainsi diminuer la résistance du matériau au flux. Cela provoque vraisemblablement une augmentation de la perméabilité.

Par conséquent, un suivi de l'évolution de la perméabilité au gaz des bétons au cours de temps a été effectué dans cette étude. Ces essais sont réalisés à l'aide d'un perméamètre à charge constante de type Cembureau (Figure II.17) recommandé par l'AFPC-AFREM [AFPC-AFREM, 1997], avec de l'azote comme gaz percolant. Ils comprennent des mesures de la perméabilité intrinsèque du matériau en faisant plusieurs mesures de perméabilité apparente à différentes pressions d'injection.

Les échantillons sont séchés à 80°C jusqu'à masse constante avant d'effectuer les mesures. Le principe consiste à appliquer une pression relative constante du gaz (différence entre la pression injectée absolue et la pression de sortie égale à la pression atmosphérique) jusqu'à stabilisation de l'écoulement du gaz à travers le matériau. L'échantillon de béton à tester est un cylindre de 11 cm de diamètre et de 5 cm de hauteur, et est emprisonné dans une cellule où une chambre à air permet d'assurer l'étanchéité latérale. Le gaz traverse le béton sous la différence de pression et son débit volumique est mesuré à la sortie (pression atmosphérique) en régime permanent au moyen d'un débitmètre à bulle ; le perméamètre dispose pour cela de plusieurs tubes de différents calibres.



Figure II.17 : perméamètre à gaz Cembureau

Quatre pressions d'injection sont appliquées dans cette étude. Pour chaque pression, le coefficient de perméabilité apparente  $k_A$  ( $m^2$ ) est calculé à partir de la relation de Hagen-Poiseuille [Kollek, 1989] :

$$K_A = \frac{Q}{A} \frac{2\mu L P_{atm}}{(P_i^2 - P_{atm}^2)} \quad (II-7)$$

où  $L$  est l'épaisseur de l'échantillon (m),  $A$  est la surface transversale ( $m^2$ ),  $Q$  est le débit du gaz mesuré ( $m^3/s$ ),  $\mu$  est le coefficient de viscosité ( $1.76 \cdot 10^{-5}$  Pa pour l'azote à 20°C),  $P_i$  est la pression d'entrée appliquée (Pa) et  $P_{atm}$  est la pression atmosphérique (Pa).

Selon l'approche de Klinkenberg, le coefficient de perméabilité intrinsèque  $K_V$  ( $m^2$ ) peut être déterminé par la relation suivante :

$$K_A = K_V \left( 1 + \frac{\beta}{P_m} \right) \quad (II-8)$$

où  $P_m = (P_i + P_{atm})/2$  et  $\beta$  est le coefficient de Klinkenberg (Pa).

Par conséquent, la perméabilité intrinsèque du béton est déterminée par une extrapolation (régression linéaire) de la courbe reliant la perméabilité apparente  $k_A$  à la pression moyenne (Figure II.18). La signification physique de cette approche est la suivante : la perméabilité intrinsèque  $k_V$  est la valeur limite de la perméabilité apparente  $k_A$  lorsque le gaz tend vers une phase condensée (liquide).

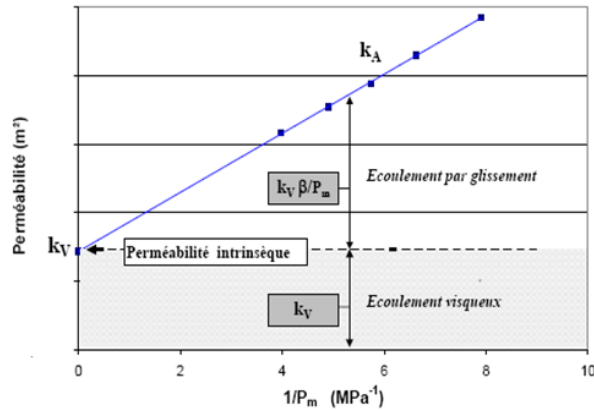


Figure II.18 : détermination de la perméabilité intrinsèque  $k_V$  d'un béton par la méthode de Klinkenberg

### II.3.6.6. Essais de caractérisation complémentaire

#### II.3.6.6.1 Porosimétrie par intrusion de mercure

Afin d'identifier les modifications de la structure poreuse du béton soumis au gonflement dû à la RSI, une analyse de l'évolution de la distribution de la taille des pores dans le béton est entreprise. Par conséquent, des mesures ont été effectuées à l'aide d'un porosimètre au mercure. Cette technique consiste à introduire, dans le réseau poreux de l'échantillon, du mercure par palier de pression et de mesurer le volume introduit à chaque palier. Le diamètre des pores auquel le mercure accède dépend de la pression d'introduction, et le volume de ces pores correspond au volume introduit pendant la durée du palier.

#### II.3.6.6.2 Résistivité électrique

La résistivité électrique d'un matériau représente sa capacité à s'opposer à la circulation du courant électrique. Considérant que dans un béton durci, le courant électrique se propage essentiellement via l'espace poreux saturé, la résistivité électrique est donc

dépendante de sa porosité totale et de la connectivité de son réseau poreux. Sa mesure constitue donc un moyen simple de caractériser de façon indirecte la connectivité du réseau poreux, et un indicateur des propriétés de transfert du béton. En outre, plus la porosité est élevée, plus la résistivité est faible, du fait d'une plus grande fraction volumique de pores occupée par la phase liquide interstitielle.

Le principe de cette mesure consiste à placer l'échantillon cylindrique de béton saturé au contact de deux électrodes (plaques en acier inoxydable) par l'intermédiaire de deux éponges humides. L'ensemble est relié à un dispositif de mesure de résistance électrique. Connaissant la géométrie de l'échantillon (épaisseur et section), la résistivité est calculée après mesure de la résistance de l'ensemble « éponges + échantillon » et des éponges seules.

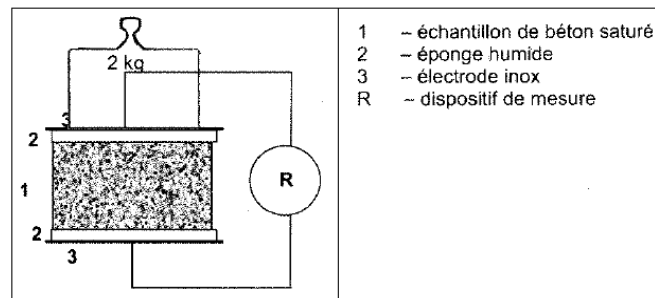


Figure II. 19 : schéma de principe de la mesure de résistivité électrique

Chaque éponge imbibée d'eau est positionnée entre l'échantillon et chacune des électrodes. Le tout est surmonté d'un poids d'environ 2 kg afin d'assurer un bon contact électrique. L'ensemble est connecté au dispositif de mesure de la résistance électrique, un résistivimètre effectuant la mesure à une fréquence de 120 Hz (Figure II. 19). Une première mesure consiste à déterminer la résistance électrique de l'ensemble « éponges + béton ». Une seconde mesure est effectuée sans l'échantillon afin d'obtenir la résistance des éponges seules. La résistivité électrique du béton saturé est ainsi donnée par :

$$\rho = (R_{tot} - R_{ép}) \cdot \frac{S}{L} \quad (\text{II-9})$$

où  $\rho$  est la résistivité électrique du béton saturé [ $\Omega \cdot m$ ],  $R_{tot}$  est la résistance électrique de l'ensemble « éponges + béton » [ $\Omega$ ],  $R_{ép}$  est la résistance électrique des éponges [ $\Omega$ ],  $S$  est la section de l'échantillon [ $m^2$ ] et  $L$  est son épaisseur [ $m$ ]. Cette mesure a été réalisée sur le B11-T70-Im et le B11-nt-Im à l'âge de 650 jours.



### **II.3.6.6.3**      *Quantification du lessivage des alcalins*

L'étude bibliographique a montré que la lixiviation des alcalins influe d'une manière importante sur le développement de la RSI. Toutes les études réalisées dans ce cadre vont dans le sens d'une accélération des gonflements lorsque le lessivage des alcalins est favorisé [Famy et al., 2001 ; Leklou, 2008]. En effet, lors de la phase de stockage, une diminution de la teneur en alcalins peut quant à elle faciliter la désorption des sulfates mobilisés par les silicates de calcium hydratés.

Il a donc été décidé d'évaluer la quantité d'alcalins lessivés des bétons vers leur solution de conservation. Cette mesure a été faite sur des échantillons de B11-nt-Im et B11-T70-Im à l'âge de 570 jours. Il s'agit de mesurer la concentration en ion sodium et en ion potassium dans les solutions de conservation d'éprouvettes, et de comparer les quantités lessivées aux quantités initiales contenues dans le béton. L'appareillage utilisé pour doser ces ions est la spectrométrie d'émission atomique par plasma appelé encore ICP-AES (Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy).

## **II.4. Présentation et analyse des résultats**

Cette section expose et interprète les principaux résultats des essais expérimentaux obtenus pendant cette étude. Dans un premier temps, nous présentons et analysons les résultats des suivis dimensionnels et massiques afin de caractériser le comportement du B11 vis-à-vis du risque de développement de la RSI. Ensuite, nous présentons et caractérisons l'influence du développement de la pathologie sur le comportement mécanique du béton, et nous analysons l'évolution de la structure poreuse du béton avec l'expansion à travers les caractéristiques mesurées telles que la perméabilité, la porosité et la distribution de la taille des pores.

### **II.4.1. Comparaison des variations massiques et dimensionnelles**

La Figure II.20 représente les suivis dimensionnels et massiques au cours du temps des différents bétons de B11.

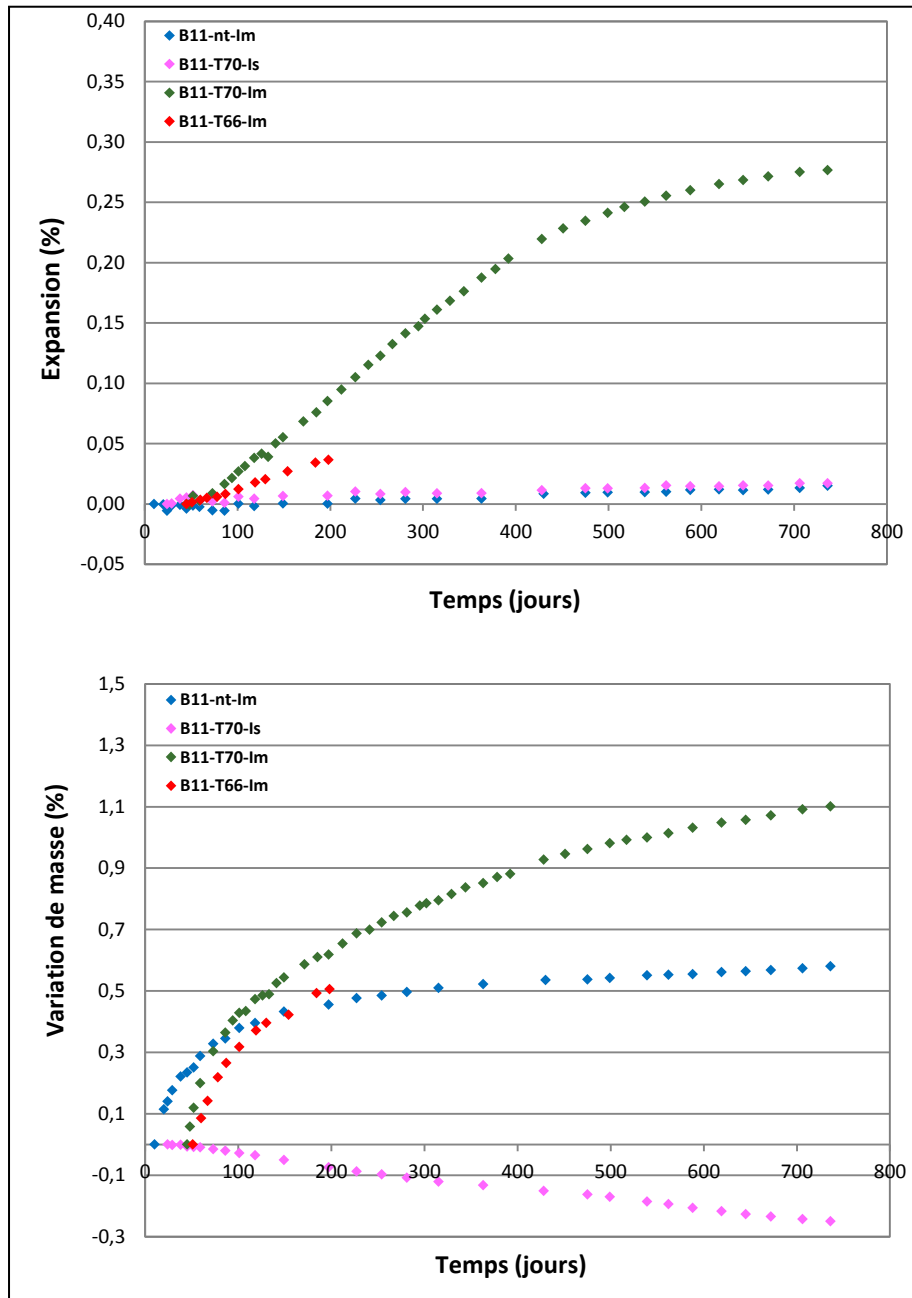


Figure II.20 : suivis dimensionnels et massiques des éprouvettes de B11

Les résultats montrent que seuls les bétons qui ont été soumis aux traitements thermiques et qui ont été immergés dans l'eau développent un gonflement. La vitesse moyenne du gonflement reste lente et est plus faible dans le cas du B11-T66-Im que le B11-T70-Im. Ceci confirme le fait que, augmenter la valeur de la température maximale atteinte lors du traitement thermique tend à augmenter la vitesse du gonflement. Pour le B11-T70-Im, l'expansion atteint à l'âge de 740 jours environ 0,28% et tend à ce jour à se stabiliser. Ce béton présente une nette accélération de l'expansion aux alentours de 80 jours. Dans un

premier temps, le gonflement se poursuit de manière linéaire, puis sa vitesse diminue à partir d'environ 400 jours. Pour le B11-T66-Im, en fin de nos suivis à l'âge de 200 jours, l'expansion atteint environ 0,04%. Le comportement de ce béton présente également à ce jour une évolution linéaire. Une finalisation de ce programme dans les mois à venir permettra de confirmer les tendances de l'expansion de ce béton. Néanmoins, une différence de température de 4°C dans le domaine 65-70°C a des fortes conséquences sur l'amplitude et la cinétique du gonflement, sans doute parce que l'on se situe proche du seuil de déclenchement de la RSI.

Dans le contexte réglementaire, les recommandations apportées par le guide technique du LCPC [LCPC, 2007] proposent un seuil d'expansion de 0,04% à l'âge de 12 mois pour mettre en évidence un gonflement significatif suite à la RSI. On retrouve cette même valeur seuil dans les études de [Brunetaud, 2005] et [Leklou, 2008].

Le béton B11-nt-Im, non soumis à la cure thermique, ne développe aucun gonflement durant toute la période d'immersion. Ceci confirme l'impossibilité de développer de la RSI en l'absence d'une cure thermique. L'expansion mesurée est inférieure à 0,02% jusqu'à une échéance de 740 jours et est attribuée à l'absorption d'eau pendant l'immersion. La Figure II.21 montre une éprouvette de B11-T70-Im à l'âge de 540 jours (expansion de 0,25%) dans laquelle un réseau de fissures est développé, et une éprouvette de B11-nt-Im saine qui ne présente aucune trace de fissures.



Figure II.21 : éprouvettes de B11-T70-Im (a) et de B11-nt-Im (b)

Le suivi massique des bétons immergés dans l'eau montre une augmentation de la masse des éprouvettes au cours du temps, attribuée à l'absorption d'eau par le béton. Une prise de masse importante est notamment observée au cours des premières semaines d'immersion et est due à l'imbibition des éprouvettes. Ensuite, l'évolution de la prise de poids des échantillons dépend de l'apparition ou non de l'expansion. En effet, le béton B11-nt-Im, non soumis au traitement

thermique et ne développant aucun gonflement, présente un gain de masse qui se stabilise à environ 400 jours, et qui est majoré par 0,6%. Cet apport en eau est attribué dans un premier temps au remplissage de la porosité, et dans un second temps à la progression de l'hydratation des grains de ciment anhydres. Par contre, les bétons qui développent des expansions (B11-T70-Im et B11-T66-Im) voient leur masse croître avec une cinétique plus rapide. La masse du B11-T70-Im atteint à l'âge de 740 jours une amplitude nettement plus importante que celle du B11-nt-Im (presque le double). En effet, la fissuration du corps d'épreuve facilite la pénétration d'eau. En plus du remplissage des pores, cette prise de masse est également attribuée à des modifications dans la microstructure (fissuration du béton, création d'une nouvelle porosité) et à la formation de l'ettringite qui comprend de l'eau dans sa composition.

D'autre part, le suivi dimensionnel des éprouvettes isolées sous scellement aluminium étanche montre qu'aucun gonflement significatif n'est observé durant les 740 jours d'exposition des corps d'épreuve. En parallèle, le suivi massique note une légère perte de masse qui atteint -0,24% et qui ne semble pas se stabiliser à la fin de nos suivis. Cette perte est associée à des défauts d'étanchéité du scellement, surtout dans les zones proches des plots de mesure d'allongement. Ce phénomène est inévitable malgré toutes les précautions prises. Par contre, cette perte de masse reste limitée. Le cœur de ces éprouvettes n'est probablement que très peu touché par le séchage durant toute la période de suivi, et est vraisemblablement encore humide. L'absence du gonflement s'explique par un manque d'eau, réactif essentiel de la réaction (une molécule d'ettringite contient 32 molécules d'eau), qui va ramener le matériau à une humidité relative suffisante pour permettre la formation d'ettringite. Selon le rapport E/C (0,57), l'humidité interne du béton B11 est de l'ordre de 97% (Figure I.14). Cette humidité semble être insuffisante pour développer la réaction. Il est aussi possible que l'absence du gonflement sur la période de suivi puisse être liée à un effet de cinétique plutôt qu'à un manque d'eau. En effet, les gonflements ne sont pas nécessairement bloqués mais pourraient être simplement retardés par l'effet de l'absence de la lixiviation des alcalins suite à l'absence d'apport externe d'eau. L'eau, en tant que milieu réactionnel, est également favorable à la mobilité des réactifs et responsable d'une lixiviation des alcalins induisant une chute de pH, ce qui favorise la précipitation de l'ettringite. En cas de manque d'apport d'eau extérieur, le pH interne du matériau est maintenu élevé. De ce fait, la désorption des sulfates adsorbés sur les C-S-H lors de la cure thermique est considérablement ralentie [Divet et Randriambololona, 1998]. Dans ces conditions, des espèces telles que les sulfates sont moins mobiles et peuvent ainsi ralentir les cinétiques d'expansion. Ainsi, la possibilité d'un retard, et non d'une absence de gonflement reste envisageable, et un suivi à long terme de ce béton sans apport hydrique pourrait fournir des éléments de réponses. Pour [Diamond, 2000], l'apparition d'une RSI ne peut se faire qu'en cas de diminution de la concentration en alcalins du matériau soit par

lixiviation, soit par consommation par la RAG. Néanmoins, il est impossible dans l'état actuel de connaître la durée qu'il serait nécessaire d'attendre pour voir apparaître les éventuelles premières accélérations significatives du gonflement.

## II.4.2. Evolution des modules dynamiques

Les suivis des modules dynamiques réalisés dans le but d'évaluer l'endommagement au cours du temps des éprouvettes sont reportés dans la Figure II.22.

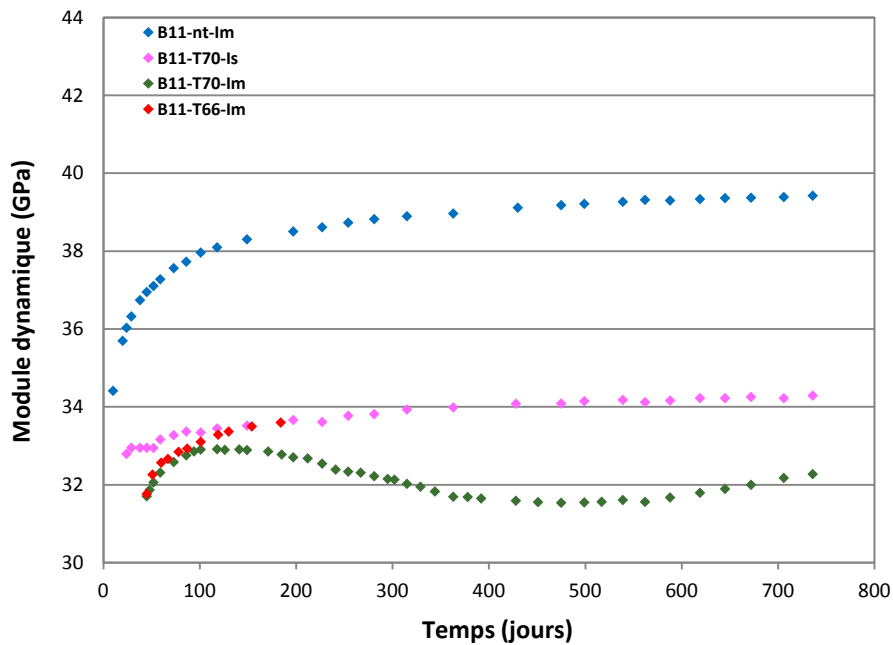


Figure II.22 : évolution des modules dynamiques

Le module dynamique initial du béton non soumis à la cure thermique est légèrement supérieur à celui des bétons soumis à la cure. Ensuite, l'absence du gonflement se traduit par une hausse lente et progressive du module au cours du temps. Cela est dû à une légère amélioration des propriétés mécaniques associée au processus d'hydratation des grains de ciment anhydres. Par contre, dans le cas du B11-T70-Im atteint de RSI, le module s'améliore lentement dans un premier temps, puis diminue légèrement. Cette diminution est observée lorsque le point d'inflexion de l'accélération de la courbe d'expansion est atteint, et traduit ainsi une légère diminution des caractéristiques mécaniques de raideur de ce béton suite à son endommagement. La fin de la diminution du module est observée lorsque le point d'inflexion du ralentissement de la courbe de gonflement est atteint. Ensuite, on note une nouvelle augmentation progressive du module dynamique. Ceci peut être attribué à un colmatage des

fissures par l'ettringite qui se forme, et le gonflement dans cette phase consiste vraisemblablement en une ouverture des fissures déjà existantes et non à l'apparition de nouvelles fissures. Ainsi, le module dynamique du B11 affecté par la RSI n'est pas proportionnel à l'expansion atteinte. De plus, la vitesse du gonflement est directement corrélée à l'évolution du module dynamique. En effet, l'expansion s'accélère lorsque le module commence à chuter et ralentit lorsque le module subit une nouvelle augmentation.

D'une manière générale, on observe que le gonflement du B11-T70-Im ne modifie que faiblement le module. Le module étant faiblement modifié, la vitesse d'expansion imposée par la raideur du matériau est ainsi presque constante, ce qui donne un comportement linéaire durant la période d'expansion maximale de ce béton. Ces résultats sont cohérents avec ceux rapportés par [Brunetaud, 2005] qui montre que, pour des gonflements de faibles cinétiques (notamment les gonflements linéaires), l'évolution du module dynamique n'est que peu marquée. Seul un gonflement sigmoïde de forte cinétique est à l'origine d'une baisse significative de module, synonyme d'endommagement important.

D'autre part, pour le B11-T66-Im, le module dynamique subit dans un premier temps une évolution similaire à celle du B11-T70-Im, puis atteint des valeurs plus importantes du fait de sa vitesse d'expansion qui est plus faible. Aucune chute de module n'est observée jusqu'à présent pour ce béton.

### **II.4.3. Effet du gonflement sur les propriétés mécaniques**

Les essais de caractérisation mécanique par essais destructifs ont porté uniquement sur les bétons qui ont été soumis à la cure thermique. L'ensemble des résultats présentés dans cette partie se rapportent à cinq échéances de mesure réalisées sur le B11-T70-Im (aux âges 28, 90, 180, 390 et 640 jours), et trois échéances de mesures sur le B11-T66-Im (aux âges 28, 90, et 180 jours). Une mesure à l'âge de 28 jours a été également effectuée sur le B11-nt-Im afin d'évaluer l'influence du traitement thermique sur la résistance du béton.

#### **II.4.3.1. Influence du traitement thermique sur les caractéristiques mécaniques initiales**

La Figure II.23 présente une comparaison des résultats des mesures des caractéristiques mécaniques à 28 jours (résistance en compression et module d'Young) réalisées sur les différents bétons B11. On note, suite à l'étuvage, une diminution d'environ 20% de la résistance en compression. Cette diminution est observée aussi bien dans le B11-T70-Im que dans le B11-T66-Im. Ainsi, l'application d'une cure thermique sur le béton induit

une valeur plus faible de la résistance avant d'être atteint de la RSI. Cependant, le module d'Young ne semble pas être affecté d'une manière significative par le traitement thermique.

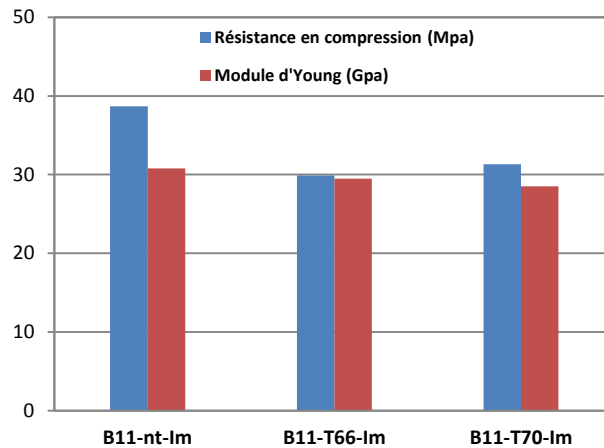
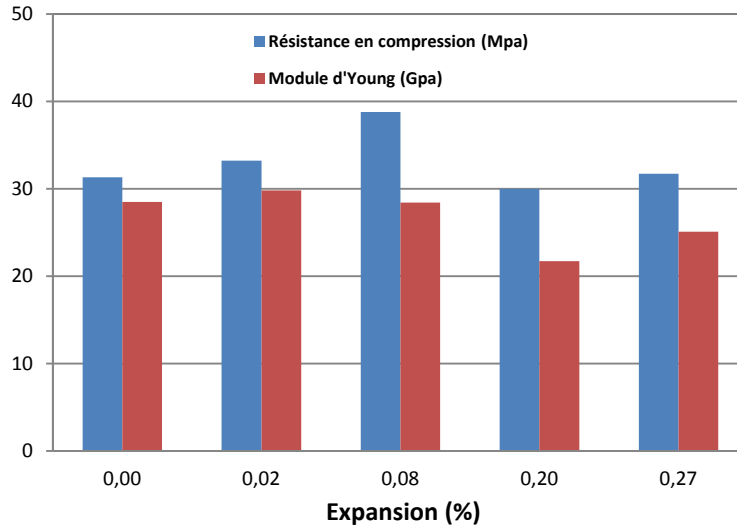


Figure II.23 : effet du traitement thermique sur les performances mécaniques à 28 jours

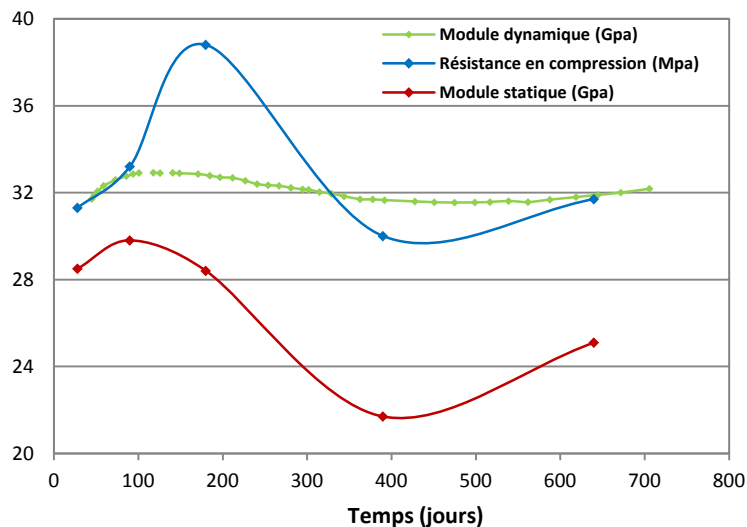
#### II.4.3.2. Propriétés mécaniques des B11 atteints de RSI

Les résultats des essais de caractérisation mécanique, réalisés à différents niveaux d'expansion sur le B11-T70-Im, sont donnés dans la Figure II.24. On peut constater que ce béton, atteint de RSI, fait état d'une dégradation de l'ensemble des propriétés mécaniques. On note une diminution d'environ 23% de la résistance en compression lorsque l'expansion évolue de 0,08% à l'âge de 180 jours à 0,20% à l'âge de 390 jours. Cette perte est également observée pour le module d'Young et pourrait être un indicateur de l'endommagement du matériau. En revanche, les pertes de résistance en compression et du module statique semblent être plus significatives que celles du module dynamique (Figure II.25).



**Figure II.24 : évolution avec l'expansion de la résistance en compression et du module d'Young pour le B11-T70-Im**

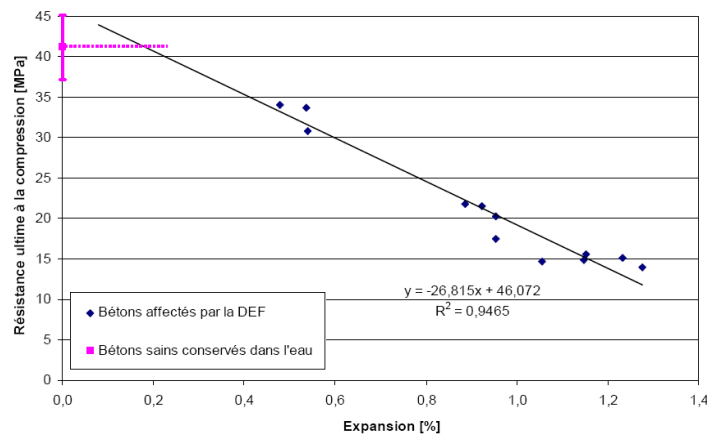
Cependant, la perte de résistance du B11-T70-Im n'est pas proportionnelle à l'expansion atteinte. En effet, on constate, suite à nos dernières mesures réalisées (à l'âge de 640 jours pour une expansion atteinte de 0,27%), que le béton tend à retrouver une partie des performances mécaniques qu'il avait perdues. Ce regain tardif est observé aussi bien sur la résistance en compression que sur les modules statique et dynamique. Ces grandeurs passent donc par un minimum (Figure II.25). Les minima sont observés aux alentours de 400 jours lorsque le point d'inflexion du ralentissement de la courbe d'expansion est atteint.



**Figure II.25 : évolution au cours du temps des caractéristiques mécaniques du B11-T70-Im**

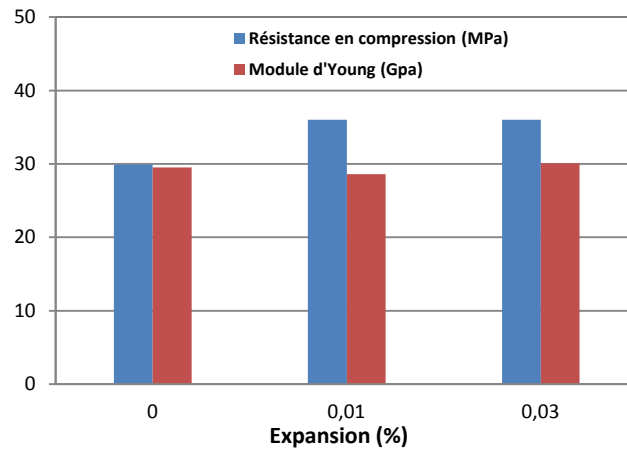


Pavoine [Pavoine, 2003] observe, en fin de réaction de gonflement, une chute de 75% de la résistance en compression pour des éprouvettes de béton ayant développé des expansions de 1,6%. Brunetaud [Brunetaud, 2005] pour sa part, a essayé d'établir une relation entre la perte de résistance en compression et l'expansion en réalisant des mesures à 700 jours sur des éprouvettes de béton affectées ou non par la RSI (Figure II.26). D'après cette relation, une expansion inférieure à 0,30% à 700 jours ne se traduit pas par une baisse significative de la résistance en compression par rapport au cas de l'absence du gonflement. Nos résultats sont donc différents de ceux de Brunetaud.



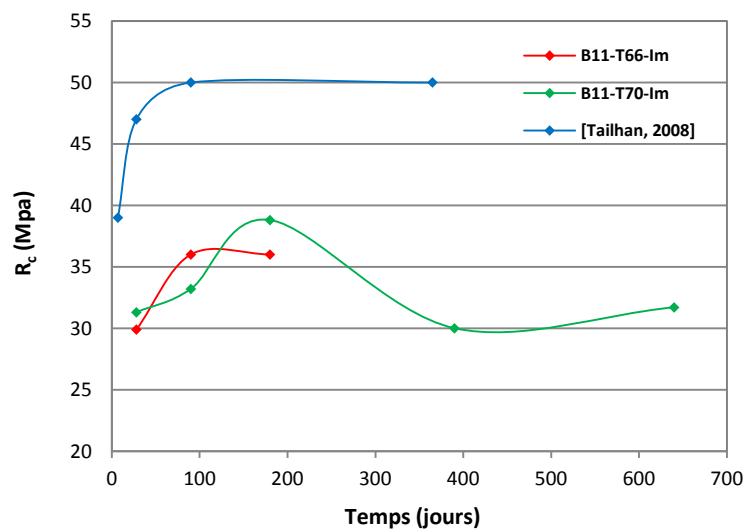
**Figure II.26 : relation expansion à 700 jours - résistance en compression d'un béton affecté par RSI [Brunetaud, 2005]**

D'autre part, toutes les mesures qui ont été réalisées sur le B11-T66-Im ne concernent que des faibles expansions, et les performances mécaniques à ce jour de ce béton ne semblent pas être affectées (Figure II.27). Un suivi à long terme et des mesures pour des taux d'expansion plus importants pourraient fournir des éléments de réponse sur l'évolution des caractéristiques mécaniques de ce béton avec l'expansion.



**Figure II.27 : évolution avec l'expansion de la résistance en compression et du module d'Young pour le B11-T66-Im**

La Figure II.28 illustre une comparaison de nos résultats de suivi de la résistance en compression avec des résultats d'essais réalisés sur le B11 dans le cadre d'une collaboration entre l'IFSTTAR et l'IRSN (en dehors du cadre de la thèse) [Tailhan, 2008]. Les résultats permettent de mettre en évidence une nette chute des performances mécaniques du B11 atteint de RSI par rapport à un B11 sain.



**Figure II.28 : évolution de la résistance en compression du B11 – comparaison avec [Tailhan, 2008]**

Finalement, d'une manière générale, il est possible de constater que les performances mécaniques du B11 atteint de RSI font état d'une dégradation importante malgré la faible cinétique du gonflement subi par le béton. De plus, la résistance en compression et le module

d'Young semblent être affectés d'une manière plus importante que le module dynamique par de faibles expansions.

#### II.4.4. Interaction gonflement – perméabilité – porosité

Afin de mettre en évidence l'influence du gonflement généré par la formation différée d'ettringite sur les propriétés de transfert du béton, nous avons réalisé, comme évoqué précédemment, des mesures de perméabilité au gaz et de porosité accessible à l'eau à différentes étapes de l'évolution de l'attaque afin d'obtenir une évolution continue de ces grandeurs sous expansion. Ces essais sont réalisés sur le B11-T70-Im et le B11-T66-Im aux mêmes échéances que pour les essais mécaniques destructifs. Une mesure à l'âge de 28 jours a été également effectuée sur le béton non soumis au traitement thermique (B11-nt-Im).

##### II.4.4.1. Evolution de la perméabilité avec l'expansion

La Figure II.29 illustre l'évolution de la perméabilité relative en fonction de l'expansion atteinte pour les bétons B11-T70-Im et B11-T66-Im. Cette perméabilité relative représente le rapport entre la perméabilité intrinsèque mesurée à un instant donné et à un certain niveau d'expansion atteint, et la perméabilité intrinsèque initiale mesurée à l'âge de 28 jours.

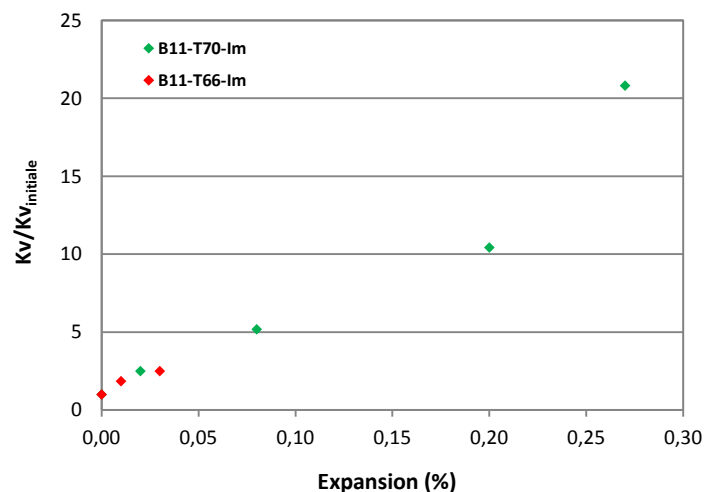


Figure II.29 : effet de l'expansion sur la perméabilité intrinsèque – évolution du rapport entre la perméabilité mesurée à un niveau d'expansion donné et la perméabilité initiale à 28 jours en fonction de l'expansion

Les résultats obtenus mettent en évidence une augmentation significative de la perméabilité du B11-T70-Im par rapport à sa perméabilité initiale. Ce rapport atteint, en fin de nos suivis sur ce béton, une valeur proche de 20 pour une expansion avoisinant 0,27%. Cette augmentation révèle une formation de microfissures qui sont susceptibles de former un réseau connecté et de créer des chemins d'écoulement dans le béton (connexion des microfissures aux interfaces pâte-granulat avec celles de la pâte). Cette augmentation est observée aussi bien sur la perméabilité intrinsèque que sur la perméabilité apparente (Figure II.31). De plus, on constate que les perméabilités et les expansions des corps d'épreuve B11-T70-Im et B11-T66-Im sont liées par une relation affine. Cependant, les mesures qui ont été réalisées sur le B11-T66-Im ne concernent que des faibles expansions. La finalisation de ce programme dans les mois à venir et des mesures de perméabilité sur le B11-T66-Im après avoir atteint des valeurs d'expansion plus significatives permettront de confirmer ces tendances.

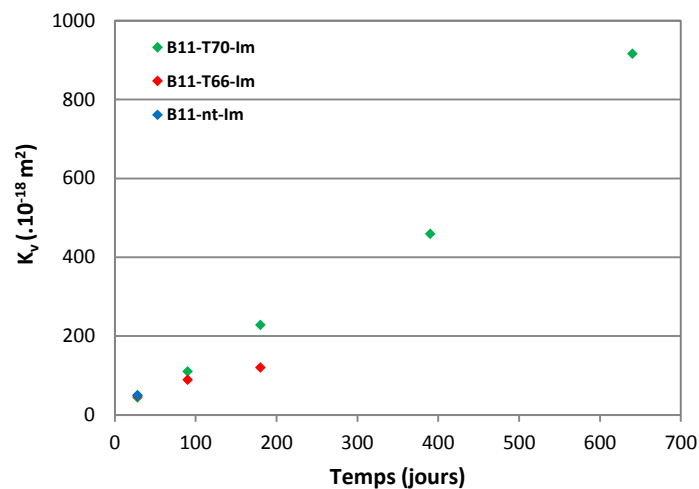


Figure II.30 : évolution de la perméabilité intrinsèque au cours du temps

D'autre part, il est possible de constater que la perméabilité intrinsèque initiale du B11 est insensible aux traitements thermiques appliqués. En effet, les perméabilités initiales, à l'âge de 28 jours, de tous les corps d'épreuve sont identiques (Figure II.30). Ensuite, l'augmentation de la perméabilité au cours du temps est moins importante pour le B11-T66-Im que pour le B11-T70-Im. Ceci est dû au fait que la cinétique de l'évolution de l'expansion pour ce dernier est plus importante.

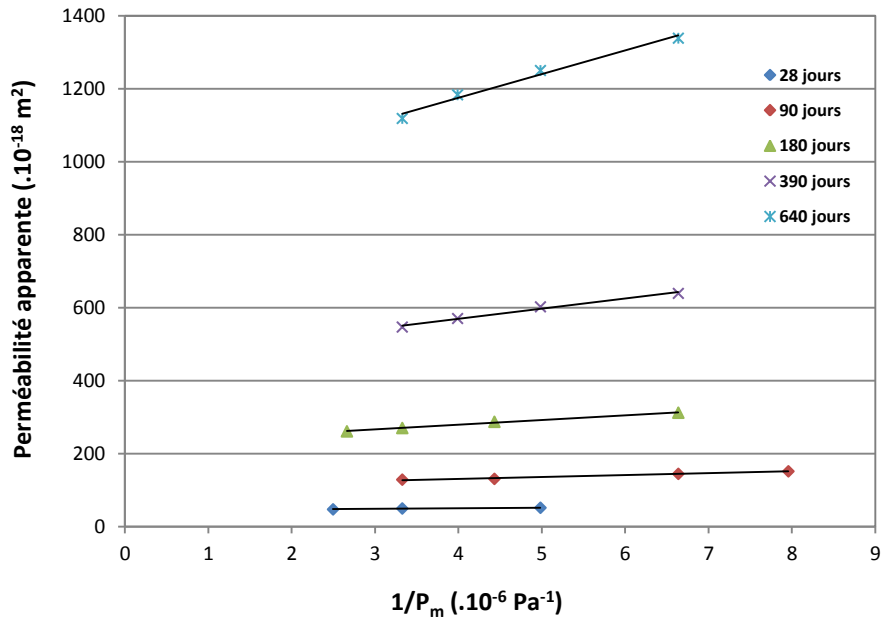


Figure II.31 : évolution de la perméabilité apparente du B11-T70-Im

Le Tableau II.7 [AFGC, 2004] présente les classes et les valeurs limites relatives à l'indicateur de durabilité « perméabilité au gaz ». Les mesures de la perméabilité apparente sous une pression d'entrée de 2 bars ont permis d'identifier une « très faible » durabilité potentielle du B11-T70-Im à l'âge de 640 jours, alors que sa durabilité potentielle initiale à l'âge de 28 jours a été classée comme « élevée ».

<i>Durabilité potentielle</i> →	<i>Classes et valeurs limites</i>				
	Très faible	Faible	Moyenne	Elevée	Très élevée
<i>Perméabilité apparente aux gaz</i> ( $P_{entrée} = 0,2 \text{ Mpa}$ ) ( $\cdot 10^{-18} \text{ m}^2$ )	>1000	300 à 1000	100 à 300	10 à 100	<10

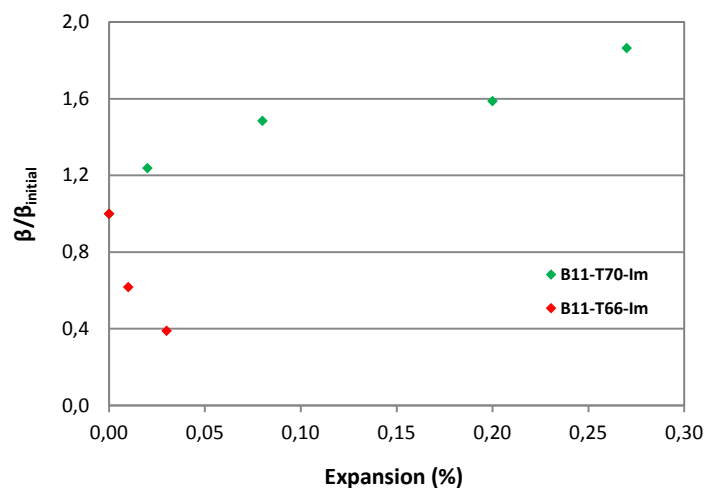
Tableau II.7 : classes et valeurs limites de durabilité relatives à l'indicateur « perméabilité au gaz » [AFGC, 2004]

#### II.4.4.2. Effet de Klinkenberg sous gonflement

L'évolution du coefficient  $\beta$  de Klinkenberg est une indication utile pour décrire l'évolution de la structure poreuse du béton. Ce coefficient, qui est inversement proportionnel au diamètre moyen des pores, peut être considéré comme un indicateur de la finesse du réseau poreux [Picandet, 2001].

L'évolution du coefficient de Klinkenberg, obtenue pour nos essais expérimentaux, est montrée sur la Figure II.32. Une augmentation de ce coefficient de 90% à l'âge de 640 jours

par rapport à l'état initial (mesurée à 28 jours) est notée pour le B11-T70-Im, et implique ainsi une diminution du diamètre moyen des pores. Ceci peut s'expliquer, soit par le fait que les pores créés suite au gonflement sont en majorité de taille plus faible que celle des pores initiaux, soit par le fait que l'ettringite ne remplit que partiellement les pores existants ce qui implique une diminution de leurs taille moyenne. Par contre, une diminution du coefficient de Klinkenberg est notée pour le B11-T66-Im et révèle une augmentation du diamètre moyen des pores.



**Figure II.32 : évolution avec l'expansion du rapport entre le coefficient  $\beta$  de Klinkenberg déterminé à un niveau d'expansion donné et le coefficient de Klinkenberg  $\beta$  initial**

D'autre part, on note une valeur du coefficient de Klinkenberg pour le B11-T70-Im à l'état initial (à l'âge de 28 jours) plus faible que celles des bétons B11-T66-Im et B11-nt-Im qui semblent être identiques (Figure II.33). En conséquence, nous pouvons admettre que la taille des pores est probablement insensible au traitement thermique dont la température maximale atteint 66°C, alors que la cure thermique atteignant une température maximale de 70°C conduit à un élargissement des pores. Mais il se peut que cette différence de taille des pores soit due au fait que la décomposition de l'ettringite est plus importante à 70°C qu'à 66°C, conduisant ainsi à des tailles de pores plus importantes.

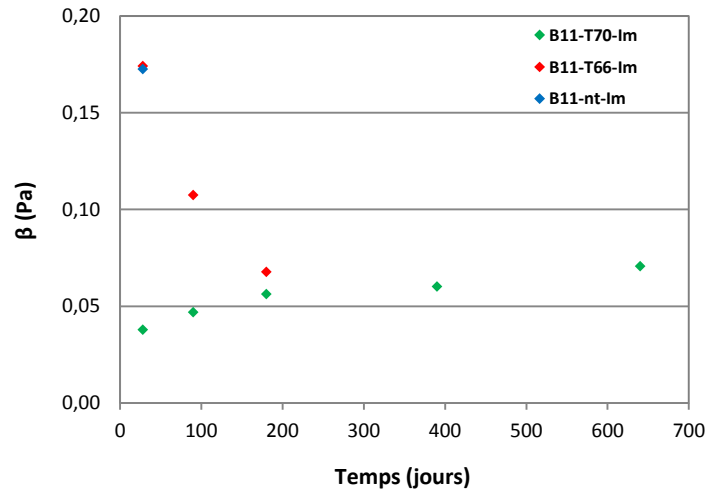


Figure II.33 : évolution du coefficient de Klinkenberg au cours du temps

### II.4.4.3. Influence de l'état d'expansion sur la porosité et la distribution de la taille des pores

#### II.4.4.3.1 Evolution de la porosité accessible à l'eau

Les résultats de l'évolution de la porosité accessible à l'eau du B11-T70-Im montrent que celle-ci est insensible à la création des fissures. En effet, aucune modification significative de la porosité n'a été observée tout au long de la réaction pour ce béton (Figure II.34). Ces résultats révèlent que, suite à la compétition entre le remplissage des pores préexistants par l'ettringite formée et la création des nouvelles fissures suite au gonflement, un équilibre a été établi, et la porosité est ainsi quasiment inchangée. Pour le B11-T66-Im, les mesures effectuées jusqu'à présent ne concernent que des faibles taux d'expansion, et des suivis à long terme de ce béton permettront de fournir des éléments d'informations supplémentaires, et de valider la tendance de la porosité avec l'expansion. De plus, nous avons réalisé deux mesures aux âges de 28 jours et de 790 jours sur le B11-nt-Im. Les résultats montrent que la porosité de ce béton est inchangée.

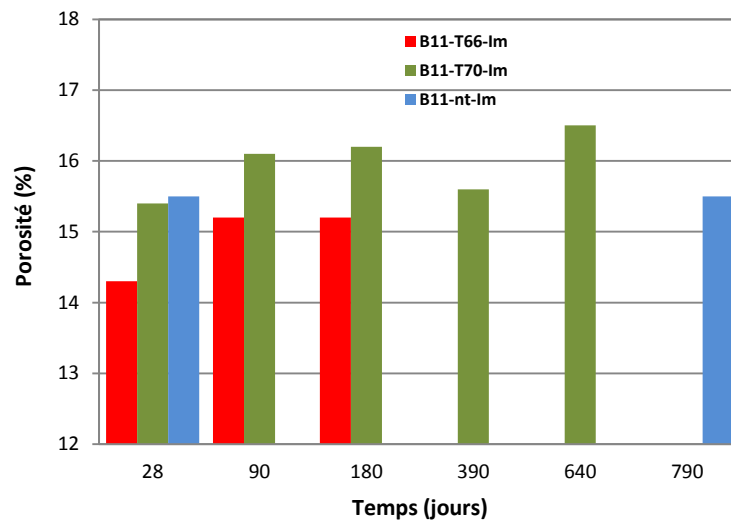


Figure II.34: évolution de la porosité accessible à l'eau

#### II.4.4.3.2 Distribution de la taille des pores après gonflement

Nous avons vu que la variation de la perméabilité et du coefficient de Klinkenberg du B11-T70-Im est due probablement à la modification de la structure poreuse de ce béton. Afin d'approfondir nos investigations, nous avons eu recours à une analyse de l'évolution de la porosité et de la distribution de la taille des pores de ce béton à l'aide d'un porosimètre au mercure. Cette méthode nous permet d'étudier les pores allant de 3 nm à environ 430  $\mu\text{m}$ . Les essais ont été réalisés aux échéances 90, 390 et 640 jours. La porosité totale obtenue reste inchangée (Figure II.35). Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par les suivis de la porosité accessible à l'eau (Figure II.34).

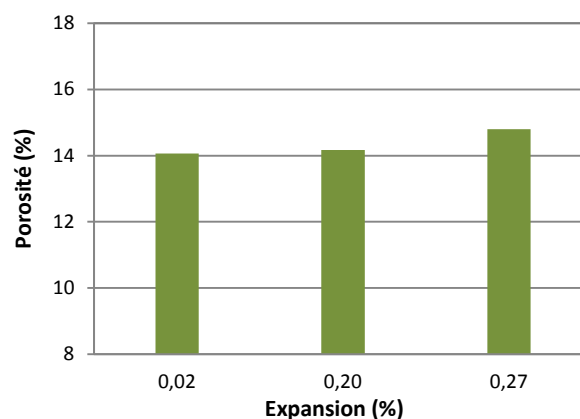


Figure II.35 : évolution de la porosité totale au mercure du B11-T70-Im



La Figure II.36 montre les courbes de distribution différentielle des diamètres des pores du B11-T70-Im. Ces courbes mettent en évidence un mode poreux principal qui se situe autour de 65 nm et qui se resserre au cours du temps. Le diamètre moyen de ce mode reste constant avec l'expansion, alors que son volume augmente d'une manière significative. Cette augmentation pourrait être attribuée à une microfissuration de la matrice cimentaire due aux contraintes exercées par les produits expansifs. Nous observons également que les pores les plus fins (taille comprise entre 3 et 40 nm) disparaissent. Ceci révèle un remplissage de ces pores par l'ettringite qui se forme. Une diminution du volume des pores ayant pour taille environ entre 100 et 600 nm est notée également. Ceci révèle un remplissage partiel de ces pores et pourrait être également à l'origine de l'augmentation du volume de la porosité principale autour de 65 nm. L'augmentation du volume de certains pores et le remplissage d'autres pores expliquent le fait que la porosité totale est restée inchangée.

D'une manière générale, le gonflement ne semble pas contribuer à une modification de la distribution de la taille des pores, mais juste à une croissance du volume du mode poreux principal. En effet, aucune modification significative de la taille des pores n'est mise en valeur tout au long du gonflement. De plus, aucun décalage vers les plus grands pores n'a été observé. Ainsi, le gonflement ne semble pas probablement contribuer à une formation de pores ayant des tailles plus importantes que celles des pores initiaux.

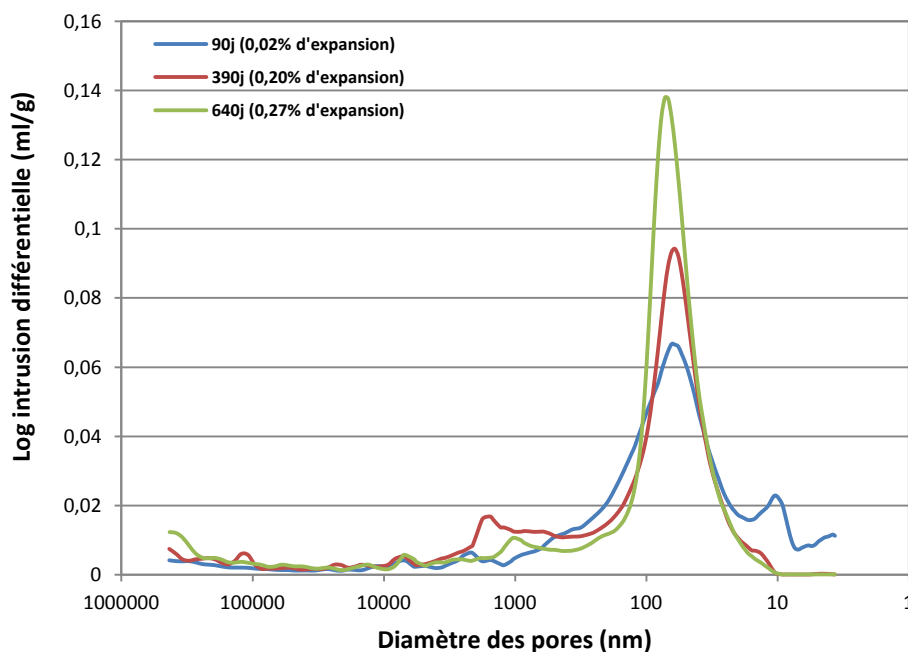


Figure II.36 : distribution de la taille des pores obtenue par intrusion de mercure pour le B11-T70-Im

D'autre part, il apparaît clairement une augmentation, avec l'expansion, du volume poreux cumulé pénétré par le mercure dans les pores de taille inférieure à 100 nm (Figure II.37). Ceci révèle un réseau poreux plus ouvert et connecté qu'à l'état initial. Ces résultats sont en accord avec ceux rapportées par l'évolution de la perméabilité intrinsèque, qui mettent en évidence une augmentation significative de celle-ci, montrant ainsi un développement d'un réseau de fissures connectées dans la matrice cimentaire du béton.

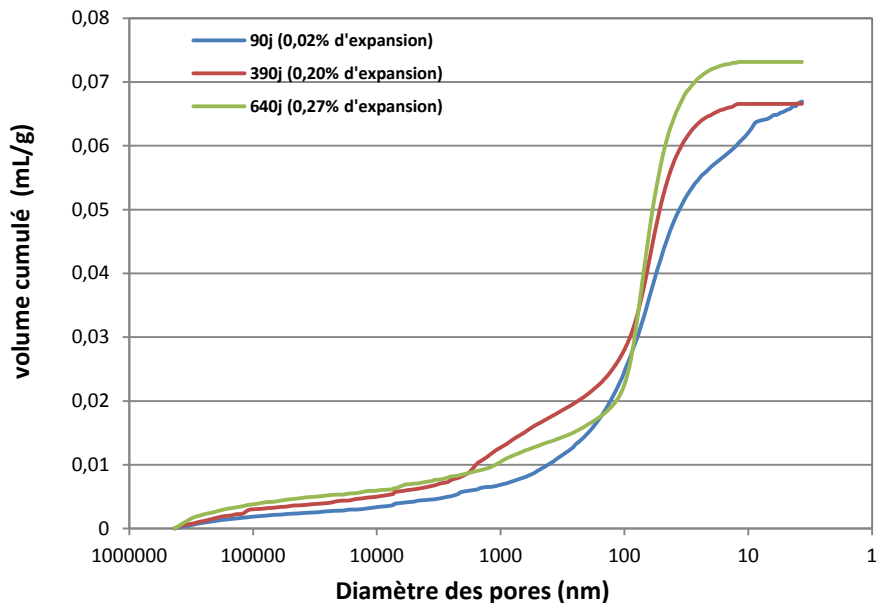


Figure II.37 : distribution du volume cumulé de mercure entrant dans les pores pour le B11-T70-Im

#### II.4.5. Couplage expansion-prise de masse

Les expansions observées dans les bétons B11-T70-Im et B11-T66-Im sont accompagnées d'un gain de masse plus important que dans le cas du béton B11-nt-Im non atteint de RSI. Il semble donc intéressant de relier ces deux grandeurs. La Figure II.38 représente la variation dimensionnelle rapportée en fonction de la variation de masse pour les bétons atteints de RSI. Pour le B11-T70-Im, on constate qu'après la prise de masse non liée à une expansion, la courbe se révèle quasi-linéaire. Ce comportement est observé à partir d'un gonflement d'environ 0,07% jusqu'à environ 0,25% et correspond à la zone 0,6% - 1% de prise de masse. La pente de la courbe est ainsi constante pendant la plus grande part de l'expansion, et sa valeur est déterminée par régression linéaire. Ensuite, sa valeur diminue lorsque le gonflement subit un ralentissement. De plus, les comportements hydriques des deux

bétons B11-T70-Im et B11-T66-Im semblent être similaires dans un premier temps (les deux courbes expansion-prise de masse sont identiques), et la poursuite des suivis du B11-T66-Im permettra de disposer des éléments complémentaires sur la tendance de son comportement à long terme.

La RSI semble ainsi jouer un rôle important dans la modification du comportement hydrique du matériau. Cette modification est une conséquence, aussi bien des effets mécaniques des gonflements que des effets chimiques. La prise de masse observée est le résultat de l'imbibition du matériau sous l'effet de l'ouverture du réseau poreux lors du gonflement (la fissuration du corps d'épreuve facilite la pénétration d'eau), et de l'absorption d'eau en tant que réactif pour former des produits de gonflement.

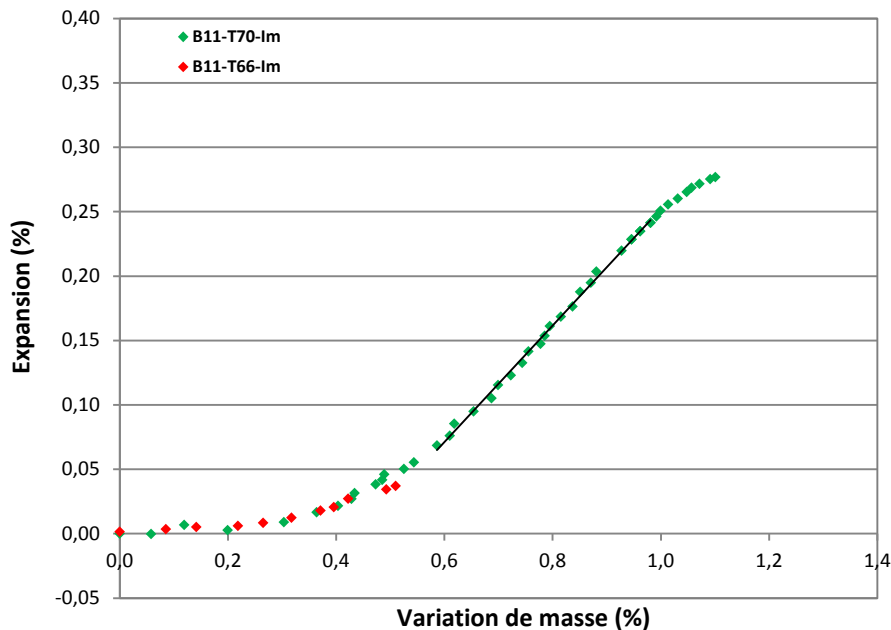


Figure II.38 : relation expansion-prise de masse pour le B11-T70-Im et le B11-T66-Im

Barbarulo [Barbarulo, 2002] a réalisé dans ses travaux une analyse des mécanismes de prise de masse lors de l'expansion. Dans cette approche, après l'application d'une cure thermique, le gonflement est le résultat d'une réaction chimique du type suivant :



Le gain de masse associé à cette réaction et la variation de volume entre les produits formés et les réactifs seront notés suivant la relation suivante :

$$\begin{cases} \Delta m_{\text{réaction}} = m_{\text{produits}} - m_{\text{réactifs}} \\ \Delta V_{\text{réaction}} = V_{\text{produits}} - V_{\text{réactifs}} \end{cases} \quad (\text{II-10})$$

La masse du matériau peut également varier du fait de la variation de la porosité et du volume du réseau de fissures. On note  $\Phi_1$  les vides (porosité et fissures) initiaux et  $\Phi_2$  les vides finaux. Leurs volumes seront notés  $V_{\phi_i}$ . Les éprouvettes de béton étant immergées dans l'eau, on suppose que tous les vides sont saturés en eau. La variation du volume des vides et la variation de masse associée seront ainsi définies comme suit :

$$\begin{cases} \Delta m_{\phi} = \rho_{\text{eau}} \Delta V_{\phi} \\ \Delta V_{\phi} = V_{\phi_2} - V_{\phi_1} \end{cases} \quad (\text{II-11})$$

Trois cas de figures se présentent pour l'interprétation de  $\Delta V_{\phi}$  : si  $\Delta V_{\phi} = 0$ , la porosité est inchangée du fait de l'équilibre entre le remplissage des pores par les produits de la réaction et la création des nouvelles fissures suite au gonflement. Il est possible dans ce cas que les produits soient formés sans combler la porosité initiale et qu'ils aient entièrement participé à l'expansion du matériau (toutes les nouvelles fissures créées sont donc remplies par les produits formés). Si  $\Delta V_{\phi} > 0$ , il y a création d'une nouvelle porosité (fissuration) non comblée par les produits formés. Enfin, si  $\Delta V_{\phi} < 0$ , il y a globalement un remplissage de la porosité ou des fissures existantes.

Le gain de masse et la variation volumique du matériau sont ainsi donnés par la relation suivante :

$$\begin{cases} \Delta m = \Delta m_{\text{réaction}} + \Delta m_{\phi} \\ \Delta V = \Delta V_{\text{réaction}} + \Delta V_{\phi} \end{cases} \quad (\text{II-12})$$

La variation volumique  $\varepsilon_v = \Delta V / V_{ini}$  est reliée à la variation massique  $\varepsilon_m = \Delta m / m_{ini}$  par la relation :

$$\frac{\varepsilon_v}{\varepsilon_m} = \frac{\Delta V / V_{ini}}{\Delta m / m_{ini}} = \frac{\Delta V}{\Delta m} \cdot \frac{m_{ini}}{V_{ini}} = \frac{\Delta V}{\Delta m} \cdot \rho_{ini} \quad (\text{II-13})$$

où  $\rho_{ini}$  est la masse volumique initiale du béton ( $\sim 2,35$  kg/L),  $V_{ini}$  est le volume initial du corps d'épreuve et  $m_{ini}$  est sa masse initiale.

En supposant que les déformations sont isotropes, il est possible de relier l'expansion volumique  $\varepsilon_v$  aux variations longitudinales  $\varepsilon_l$  par la relation suivante :

$$\varepsilon_v = 3.\varepsilon_l \quad (\text{II-14})$$

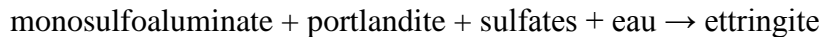
Ainsi, la variation de masse et la variation dimensionnelle sont reliées par :

$$\frac{\varepsilon_l}{\varepsilon_m} = \frac{1}{3} \rho_{ini} \cdot \frac{\Delta V_{réaction} + \Delta V_{\Phi}}{\Delta m_{réaction} + \Delta m_{\Phi}} \quad (\text{II-15})$$

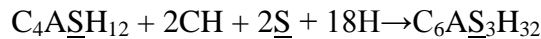
Par combinaison avec la relation II.11, il est donc possible d'écrire la relation suivante :

$$\frac{\varepsilon_l}{\varepsilon_m} = \frac{1}{3} \frac{\rho_{ini}}{\rho_{eau}} \cdot \frac{\Delta V_{réaction} + \Delta V_{\Phi}}{\frac{\Delta m_{réaction} + \Delta V_{\Phi}}{\rho_{eau}}} \quad (\text{II-16})$$

L'hypothèse formulée pour expliquer l'origine de l'expansion due à la RSI et proposée par [Barbarulo, 2002] suppose que le monosulfoaluminate formé à haute température réagit avec de la portlandite et les sulfates fixés dans les C-S-H pour donner de l'ettringite selon la réaction suivante :



ou encore, de façon stœchiométrique en notation cimentière :



Cette hypothèse du mécanisme d'expansion permet d'estimer les variations massique et volumique attribuées à la réaction. La formation d'une mole d'ettringite nécessite ainsi un apport externe de 18 moles d'eau. Le gain de masse par mole d'ettringite formée est alors  $\Delta m_{réaction} = 18 \times 18 = 324 \text{ g/mol}$ .

<i>Réactif ou produit</i>	<i>Masse molaire (g/mol)</i>	<i>Volume molaire (cm<sup>3</sup>/mol)</i>	<i>Masse volumique (g/cm<sup>3</sup>)</i>
<i>monosulfoaluminate</i>	622	309	2,01
<i>ettringite</i>	1255	705	1,78
<i>portlandite</i>	74	33	2,25
<i>sulfates</i>	80	30	2,67
<i>eau</i>	18	18	1,00

**Tableau II.8 : caractéristiques des réactifs et des produits de la réaction de formation d'ettringite**

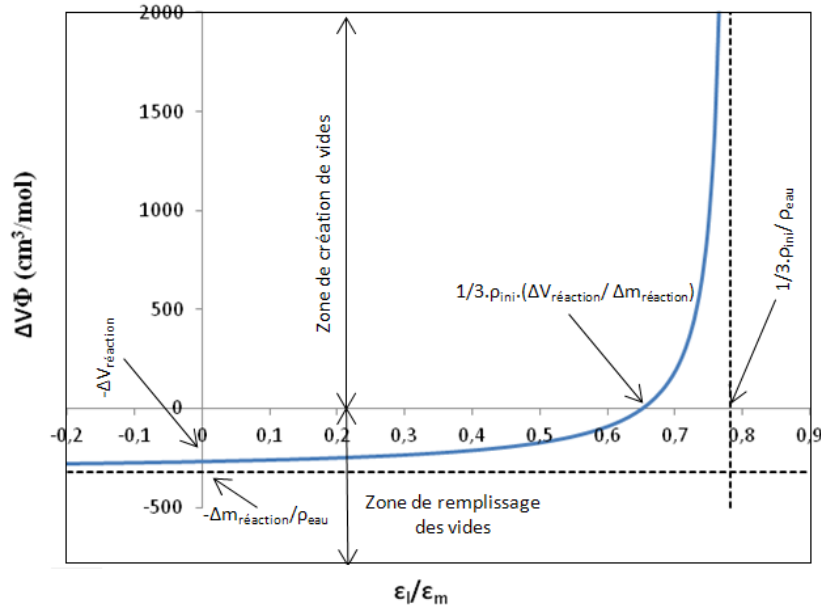
Le Tableau II.8 rappelle les caractéristiques des réactifs et des produits de la réaction de formation d'ettringite. Il est à noter que ces valeurs sont modifiées par rapport à celles données par [Barbarulo, 2002], et sont basées sur les résultats des travaux de [Balonis et Glasser, 2009]. La variation volumique associée à la réaction de formation d'ettringite est ainsi égale à :

$$\Delta V_{\text{réaction}} = 705 - 309 - 2 \times 33 - 2 \times 30 = 270 \text{ cm}^3/\text{mol}.$$

En se basant sur ces données, il est ainsi possible d'étudier l'évolution de la variation du volume des pores  $\Delta V_{\Phi}$  en fonction de  $\varepsilon_l/\varepsilon_m$  en inversant la relation II-16 suivant la relation suivante :

$$\Delta V_{\Phi} = \frac{\rho_{ini} \cdot \Delta V_{\text{réaction}} - 3 \Delta m_{\text{réaction}} \frac{\varepsilon_l}{\varepsilon_m}}{3 \rho_{eau} \frac{\varepsilon_l}{\varepsilon_m} - \rho_{ini}} \quad (\text{II-17})$$

L'évolution de cette fonction pour le B11-T70-Im est représentée dans la Figure II.39. L'étude de cette fonction montre que la valeur du régime d'expansion  $\varepsilon_l/\varepsilon_m$  est majorée par  $1/3 \cdot \rho_{ini}/\rho_{eau} = 0,78$  ; et c'est le cas où l'expansion se traduit essentiellement par la création de vides remplis d'eau ( $\Delta V_{\Phi} \rightarrow \infty$ ). De plus, le régime d'expansion  $\varepsilon_l/\varepsilon_m$  vaut  $1/3 \cdot \rho_{ini} \cdot (\Delta V_{\text{réaction}}/\Delta m_{\text{réaction}}) = 0,65$  lorsque la variation du volume des pores est nulle ( $\Delta V_{\Phi} = 0$ ), c'est-à-dire lorsque l'expansion se traduit par un remplissage des nouvelles fissures créées par le produit de la réaction. Enfin, le régime d'expansion est nul lorsque  $\Delta V_{\Phi} = -\Delta V_{\text{réaction}}$ , c'est à dire lorsque les produits de la réaction chimique formés ont comblé la porosité initiale sans générer de l'expansion.



**Figure II.39 : évolution du volume des vides en fonction du régime d'expansion  $\epsilon_l/\epsilon_m$  - cas du B11-T70-Im**

Ainsi, connaissant la pente du régime d'expansion  $\epsilon_l/\epsilon_m$  mesurée expérimentalement, il est possible d'estimer la valeur de la variation du volume des pores  $\Delta V_\Phi$ . La valeur expérimentale de cette pente est déterminée par régression linéaire sur la période d'expansion maximale (partie linéaire de la relation expansion-prise de masse), et est estimée à 0,45 (Figure II.38). On peut ainsi constater que la variation du volume des vides par mole d'ettringite formée est estimée à environ  $-197 \text{ cm}^3/\text{mol}$ . Cette variation négative implique ainsi un remplissage de la porosité ou du réseau de fissures existant par de l'ettringite.

Les investigations de [Barbarulo, 2002] supposent que le gain de masse ne peut être la conséquence d'une formation d'ettringite seulement, mais nécessite la création d'un réseau de fissures saturé en eau. Pour lui, l'hypothèse que les vides du matériau sont saturés en eau peut être erronée. Ceci apparaît non probable dans le cas de nos échantillons immergés dans l'eau. De plus, les résultats de nos essais de suivi de la porosité accessible à l'eau du B11-T70-Im montrent qu'une expansion peut se produire sans modification significative de la porosité. Pour ce béton, la variation du volume des pores peut être estimée à partir des mesures de porosité. En effet, si l'on considère la phase d'expansion maximale, deux mesures de la porosité accessible à l'eau durant celle-ci (aux âges 180 jours et 390 jours) ont été réalisées. On note  $\epsilon_1$ ,  $p_1$ ,  $V_1$  et  $V_{\Phi 1}$  respectivement l'expansion, la porosité, le volume de l'échantillon et le volume des pores à l'âge de 180 jours, et  $\epsilon_2$ ,  $p_2$ ,  $V_2$  et  $V_{\Phi 2}$  ceux à l'âge de 390 jours. Ces grandeurs peuvent être reliées selon les relations suivantes :

$$V_{\Phi 1} = p_1 \cdot (V_{ini} + 3\varepsilon_1 \cdot V_{ini}) \text{ et } V_{\Phi 2} = p_2 \cdot (V_{ini} + 3\varepsilon_2 \cdot V_{ini}) \quad (\text{II-18})$$

Ainsi, la variation du volume des pores et la variation volumique associée à la réaction de formation d'ettringite peuvent être estimées par :

$$\Delta V_{\Phi} = V_{\Phi 2} - V_{\Phi 1} \text{ et } \Delta V_{\text{réaction}} = \Delta V - \Delta V_{\Phi} \quad (\text{II-19})$$

Par conséquent, le nb de moles d'ettringite formés  $n$  est donné par :

$$n = \Delta V_{\text{réaction}} / 270 \quad (\text{II-20})$$

Ainsi, la variation du volume des pores correspondant à une formation d'une mole d'ettringite est donnée par :

$$\Delta V_{\Phi} \text{ (cm}^3\text{/mol)} = \Delta V_{\Phi} / n \quad (\text{II-21})$$

Les résultats de ce calcul aboutissent à une variation de volume de pores de  $-163 \text{ cm}^3\text{/mol}$ . Même si cette valeur est très proche de celle obtenue par la relation II-17, cette faible variation ne semble pas suffisante pour valider les interprétations menées ci-dessus. En effet, le Tableau II.9 présente l'effet de la variabilité du matériau sur la valeur de la porosité mesurée sur 39 éprouvettes de béton de la même gâchée [Poyet et Torrenti, 2010]. On peut constater que, pour une porosité de 16%, l'écart-type correspond à environ 1%, une valeur importante par rapport aux variations de la porosité mesurée sur le B11-T70-Im avec l'expansion. Ainsi, des variations plus significatives de la porosité semblent nécessaires pour appuyer ou non ces conclusions.

<i>Drying temperature</i>	<i>60°C</i>	<i>90°C</i>	<i>105°C</i>
<i>Average</i>	10,1%	10,9%	11,5%
<i>Standard deviation</i>	0,65%	0,69%	0,75%
<i>Coefficient of variation</i>	6,44%	6,35%	6,49%
<i>Minimum</i>	8,5%	9,2%	9,7%
<i>Maximum</i>	11,8%	12,8%	13,6%

**Tableau II.9 : variabilité de la porosité mesurée sur 39 échantillons d'une même gâchée [Poyet et Torrenti, 2010]**



Finalement, ces analyses montrent qu'une étude détaillée des expansions des corps d'épreuves en fonction de leurs variations massiques pourrait apporter des éléments de compréhension du mécanisme de la RSI. Des essais supplémentaires seraient envisageables de manière à disposer des éléments complémentaires sur la corrélation des expansions et des gains de masse.

## II.4.6. Apport des mesures complémentaires

### II.4.6.1. Mesure de résistivité électrique

Le Tableau II.10 recense les résultats des mesures de la résistivité électrique à l'âge de 650 jours. On peut constater que la résistivité du béton B11-T70-Im atteint de RSI (l'expansion était environ 0,27% à cet âge) est plus faible que celle du béton sain B11-nt-Im. Ceci révèle une connectivité plus importante du réseau poreux après RSI. De plus, en se basant sur le classement de [AFGC, 2004], on note une « très faible » et une « moyenne » durabilité potentielle, respectivement pour le B11-T70-Im et le B11-nt-Im.

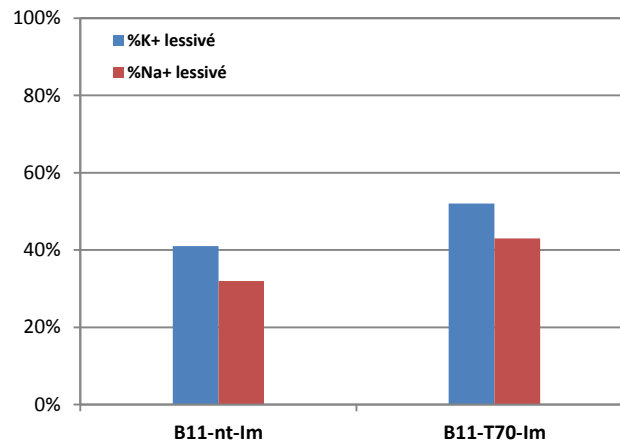
<i>Matériau</i>	<i><math>\rho_{elec}</math> (<math>\Omega.m</math>)</i>
<i>B11-T70-Im</i>	44
<i>B11-nt-Im</i>	107

**Tableau II.10 : résistivités électriques de B11-T70-Im et B11-nt-Im à l'âge de 650 jours**

Des études supplémentaires seraient envisageables pour rechercher s'il existe des corrélations entre les expansions d'un béton atteint de RSI et sa résistivité électrique. Ceci permettrait de faire le passage entre les résultats d'essais accélérés de laboratoire et le comportement *in situ* et de caractériser d'une façon indirecte la réactivité du béton vis-à-vis de la RSI. En effet, l'existence de techniques non destructives facilement réalisables *in situ* pour mesurer cette grandeur constitue un avantage supplémentaire de cet « indicateur de substitution ».

### II.4.6.2. Lessivage des alcalins

La Figure II.40 illustre les mesures des quantités d'ions  $K^+$  et  $Na^+$  lessivés et présents dans l'eau de conservation à l'âge de 570 jours pour chacun des bétons B11-nt-Im et B11-T70-Im (l'expansion pour ce dernier était environ 0,26% à cet âge).



**Figure II.40 : quantités de  $K^+$  et  $Na^+$  lessivés et présents dans l'eau de conservation à l'âge de 570 jours**

On peut constater que les quantités d'ions lessivés sont légèrement plus importantes dans le cas du B11-T70-Im que dans celui du B11-nt-Im. En effet, la prise de masse du B11-T70-Im, atteint de RSI, est plus importante, conduisant ainsi à un lessivage plus important. Cependant, au bout de 570 jours de lessivage, on constate qu'il reste encore dans le B11-T70-Im près de 55% de sodium et 50% de potassium contenus initialement dans le béton (les quantités initiales sont estimées à partir de la composition du ciment et du dosage de ce dernier dans le béton). Ces proportions sont très élevées. Il est d'usage de considérer que les alcalins amenés par le ciment sont solubles et présents majoritairement dans la solution interstitielle. Nos résultats montrent que les conditions de conservation des éprouvettes limitent le phénomène de lixiviation des alcalins. Mais la répartition des alcalins dans le béton est vraisemblablement non homogène, et on pourrait avoir un gradient de concentration avec un plus fort lessivage sur la partie extérieure.

## II.5. Conclusion

Ce chapitre a présenté nos travaux sur l'évaluation du comportement du B11, un béton représentatif de celui utilisé dans la construction du radier général d'une enceinte de confinement d'une centrale nucléaire, vis-à-vis du développement de la RSI. Cette étude complète, incluant les études de l'état thermique du béton au jeune âge, des courbes d'expansion et de variation de module dynamique, des courbes de variation de masse, des effets du phénomène sur les performances mécaniques et les propriétés de transfert, a permis de mettre en évidence dans quelle mesure la pathologie influe sur les propriétés de ce béton.

L'étude numérique de la réponse thermique du radier a montré que la température du B11 subit des élévations importantes sur une longue durée ( $> 65^{\circ}\text{C}$  durant plusieurs jours) durant la période qui suit le coulage lors de la phase de la construction.

L'étude expérimentale a montré que le B11 présente un réel risque de développement de la RSI lorsqu'il est conservé sous immersion dans l'eau, et après avoir subi une cure thermique au jeune âge. La valeur d'expansion atteinte en fin de suivi (0,28% à 740 jours) témoigne un gonflement important. Cependant, l'eau interne du béton est pour le moment insuffisante pour générer le gonflement. En effet, aucune expansion significative n'a été observée sur des corps d'épreuve protégés sous scellement. L'absence du gonflement pourrait être liée à un effet de cinétique plutôt qu'à une impossibilité de développer la réaction. Des gonflements pourraient se produire dans ces éprouvettes à plus long terme.

Les essais mécaniques réalisés sur le B11 atteint de RSI ont montré une dégradation importante de ses performances mécaniques. Suite à l'expansion, on note une diminution significative de la résistance en compression et du module statique. À cela s'ajoute une diminution due au traitement thermique.

Les résultats de suivi des propriétés de transfert ont mis en évidence une augmentation significative de la perméabilité avec l'expansion, en raison du développement d'un réseau ouvert et connecté de microfissures dans la matrice cimentaire du béton. Cependant, la porosité a été inchangée suite à un équilibre établi entre le remplissage des pores par l'ettringite formée et la création des nouvelles fissures. Les essais de porosimétrie au mercure ont mis en évidence une accentuation locale du mode poreux principal. Le gonflement ne semble pas contribuer à une modification de la distribution de la taille des pores, et aucun décalage vers des pores de plus grande taille n'a été observé.

Nous avons vérifié expérimentalement qu'une étude détaillée des expansions des corps d'épreuve en fonction de leurs variations massiques pourrait apporter des éléments de compréhension du mécanisme de la RSI.

D'autre part, pour une stratégie de gestion durable du patrimoine d'ouvrages existants, les méthodes de mesure non destructives pourront constituer dans l'avenir des outils performants de diagnostic de l'état de la structure à un instant donné, de surveillance de l'évolution du vieillissement, donc de maintenance préventive de l'ouvrage. Ainsi, des corrélations entre les expansions d'un béton atteint de RSI et des grandeurs mesurées à l'aide de ces techniques, comme le cas de la résistivité électrique, pourraient fournir des éléments de réponse quant à l'intérêt de ces mesures vis-à-vis de la détection de la RSI.

Finalemment, les résultats obtenus durant cette étude ouvrent des perspectives intéressantes. Ils pourront servir de base à des études ultérieures durant lesquelles il conviendra d'aller plus loin dans l'expérimentation et dans l'analyse pour mieux approfondir les données sur l'influence de cette pathologie sur les propriétés du béton.

# Chapitre III.

## Etude de l'effet de l'hygrométrie environnante sur la RSI

<b>III.1. Introduction</b> .....	<b>- 127 -</b>
<b>III.2. Matériaux et techniques expérimentales</b> .....	<b>- 128 -</b>
III.2.1. Composition et fabrication des bétons .....	- 128 -
III.2.2. Traitement thermique .....	- 129 -
III.2.3. Conservation des éprouvettes .....	- 130 -
III.2.4. Suivi des corps d'épreuve .....	- 135 -
III.2.5. Observations au Microscope Electronique à Balayage .....	- 136 -
<b>III.3. Présentation et analyse des résultats</b> .....	<b>- 137 -</b>
III.3.1. Etude des évolutions massiques et dimensionnelles.....	- 137 -
III.3.2. Comportement hydrique.....	- 143 -
III.3.3. Caractérisation du lessivage des alcalins.....	- 144 -
III.3.4. Etude des évolutions du module dynamique .....	- 146 -
III.3.5. Etude de l'interaction gonflement-perméabilité-porosité.....	- 147 -
III.3.5.1. Influence de l'expansion sur la perméabilité .....	- 147 -
III.3.5.2. Effet de Klinkenberg sous expansion .....	- 150 -
III.3.5.3. Evolution de la porosité avec l'expansion .....	- 151 -
III.3.6. Etude du couplage expansion-variation de masse .....	- 152 -
III.3.7. Apport des observations microscopiques .....	- 155 -
<b>III.4. Conclusion</b> .....	<b>- 161 -</b>



### **III.1. Introduction**

Lors de l'étude bibliographique, nous avons vu qu'une exposition du béton à une humidité importante semble indispensable au développement de la RSI. Les parties de l'ouvrage touchées essentiellement sont celles en contact avec l'eau (zone immergée, zone de marnage...) ou soumises à des venues d'eau (défaut d'étanchéité, absence de drainage...) ou encore celles exposées à des taux d'humidité élevés. D'une manière générale, les amplitudes et les cinétiques de gonflement augmentent avec l'accroissement du taux d'humidité relative environnant les matériaux [Odler et Chen, 1995 ; Heinz et al., 1999 ; Famy et al., 2001 ; Graf 2007 ; Martin, 2010]. En effet, l'eau représente le milieu réactionnel nécessaire au déroulement de la réaction et joue un rôle important sur sa vitesse et son intensité. Elle joue aussi bien dans les processus de transfert que dans la formation des produits de réaction. Le transfert des sulfates libres, soit contenus dans la solution interstitielle du béton, soit physiquement absorbés par les C-S-H, vers les milieux réactionnels est fortement favorisé par les mouvements d'eau. Cependant, même s'il est reconnu aujourd'hui que l'abondance de l'eau conditionne fortement le caractère expansif des matériaux atteints de RSI, l'humidité relative critique qui permet le déclenchement de la réaction demeure parmi les facteurs principaux dont l'impact n'est pas clairement identifié à ce jour.

Dans ce cadre, et afin d'apporter des éléments pour la compréhension du rôle joué par l'hygrométrie environnante sur la RSI, le présent chapitre a pour objectif d'étudier le couplage qui existe entre les conditions d'exposition à l'humidité du béton et les expansions que celui-ci peut développer sous les effets d'une RSI. Pour cela, il s'agit de réaliser des essais de gonflement libre sur des éprouvettes cylindriques de béton maintenues dans des conditions hygrométriques différentes. Ces essais sont réalisés sur une formule de béton réactive vis-à-vis de la RSI. Dans un premier temps, nous présenterons le programme expérimental qui correspond à la fabrication, au traitement thermique et aux suivis des éprouvettes de béton. Dans un second temps, nous analyserons les différents comportements des bétons, notamment en termes de gonflement et de son couplage avec l'état hydrique, ainsi que l'influence de l'expansion sur les propriétés de transfert du béton. Enfin, nous présenterons des observations réalisées au microscope électronique à balayage (MEB) afin de fournir des informations sur l'influence du gonflement par RSI sur la microstructure des matériaux.

## III.2. Matériaux et techniques expérimentales

Dans cette section est présentée la démarche mise en œuvre au cours de cette campagne expérimentale. Nous exposerons tout d'abord la fabrication, la cure thermique et la conservation des éprouvettes de béton. Ensuite, nous présenterons les différents essais de suivi réalisés.

### III.2.1. Composition et fabrication des bétons

On dispose dans cette étude d'une formule de béton réactive vis-à-vis de la RSI à base de ciment Portland CEM I et de granulats siliceux provenant de la sablière Palvadeau. Le comportement de ce béton de référence est bien connu (présence de gonflement significatif) lorsqu'il est immergé dans l'eau et après avoir subi un traitement thermique. Sa composition est donnée dans le Tableau III.1. Les gravillons (trois coupures granulaires en mm : 4/8 ; 8/12,5 et 12,5/20) et le sable (trois coupures granulaires : 0/0,315 ; 0,315/1 et 1/4) sont siliceux non réactifs vis-à-vis de la réaction alcali-granulats. Ces granulats ont été séchés avant la phase du coulage afin d'assurer un meilleur contrôle de la fabrication des bétons. Le ciment est dosé à  $400 \text{ kg/m}^3$  avec un rapport E/C de 0,48. La composition chimique du ciment et ses constituants, ainsi que la composition minéralogique du clinker sont donnés dans le Tableau III.2, le Tableau III.3 et le Tableau III.4. Ces compositions sont issues d'une analyse du ciment au sein du laboratoire.

<i>Matériau</i>	<i>Dosage Kg/m<sup>3</sup></i>
Ciment CEM I	400
Sable 0/0,315	130
Sable 0,315/1	130
Sable 1/4	450
Gravillon 4/8	210
Gravillon 8/12,5	570
Gravillon 12,5/20	310
Eau totale	190

**Tableau III.1 : formulation du béton**

Les corps d'épreuve préparés correspondent à des éprouvettes cylindriques de diamètre 11 cm et de hauteur 22 cm. Les méthodes de fabrication et de mise en œuvre sont identiques à celles décrites dans la section II.3.2 [NF P 18-400, 1981 ; NF P 18-422, 1981].



<i>Constituant</i>	<i>% massique</i>
SiO <sub>2</sub>	19,19
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,03
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,06
TiO <sub>2</sub>	0,31
MnO	0,04
CaO	62,68
MgO	0,92
SO <sub>3</sub>	3,39
K <sub>2</sub> O	1,03
Na <sub>2</sub> O	0,12
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,25
Na <sub>2</sub> O <sub>éq</sub>	0,77
S <sup>2-</sup>	0,03
Cl <sup>2-</sup>	0,02
Perte au feu à 1140°C	2,98
Résidu insoluble	2,09

Tableau III.2 : composition chimique du ciment CEM I 52,5 N

<i>Constituant</i>	<i>% massique</i>
Clinker	98
Calcaire	2

Tableau III.3 : constituants du ciment CEM I 52,5 N

<i>Constituant</i>	<i>% massique</i>
C <sub>3</sub> S	67,4
C <sub>2</sub> S	11,3
C <sub>3</sub> A	10,7
C <sub>4</sub> AF	7,3

Tableau III.4 : composition minéralogique du clinker

### III.2.2. Traitement thermique

Après coulage, les corps d'épreuve sont soumis à un traitement thermique afin de favoriser le développement de la RSI. L'étuvage est réalisé dans une enceinte climatique et sous une humidité relativement proche de la saturation.

Lors de l'étude bibliographique, nous avons vu que la température maximale atteinte par le béton au jeune âge et sa durée de maintien représentent des paramètres critiques vis-à-vis de la RSI. Par conséquent, afin d'être certains que les conditions de température soient

optimales, le traitement thermique retenu a été choisi de façon à être sûr d'exposer nos échantillons à une température suffisamment élevée pour les rendre potentiellement réactifs, et pour obtenir des expansions significatives dans un délai raisonnable. Ainsi, nous avons décidé de travailler avec un étuvage atteignant une température maximale de 80°C. Le traitement appliqué se décompose en quatre phases. Il débute par une phase de préprise durant laquelle la température est maintenue constante à 20°C pendant 2 heures. Ensuite, une phase de chauffe, appliquée aux éprouvettes de béton, assure une montée de température de 20°C à 80°C. Cette phase s'achève 24 heures après le coulage du béton (vitesse de chauffe de l'ordre de 2,5°C/h), et est suivie par l'application d'un palier de température constante de 80°C durant 72 heures. Enfin, le traitement thermique se termine par une phase de refroidissement à une vitesse voisine de -1°C/h, jusqu'à une température de 20°C (Figure III.1). La durée totale du traitement est de 7 jours. Une fois le traitement thermique terminé, les éprouvettes de béton sont démoulées et ensuite conservées dans différentes conditions d'humidité.

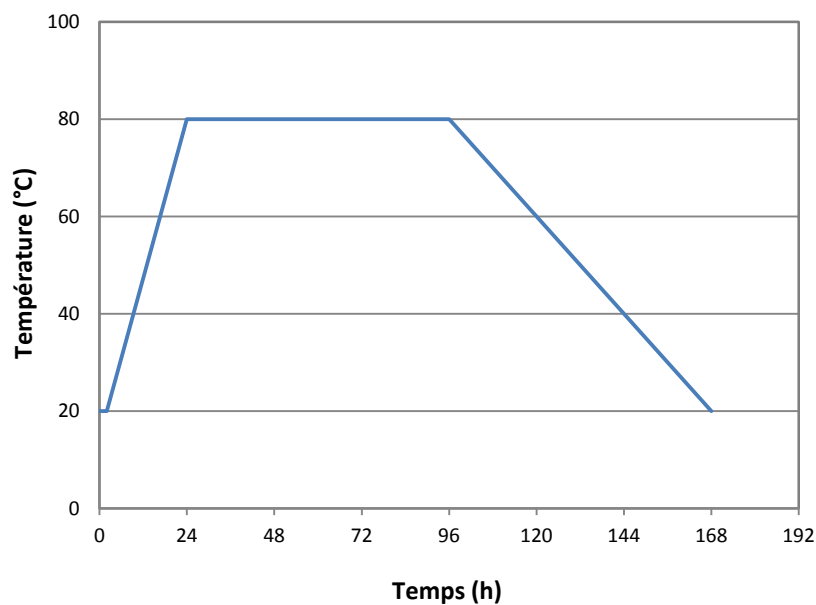


Figure III.1 : traitement thermique imposé aux éprouvettes de béton

### III.2.3. Conservation des éprouvettes

Les éprouvettes de béton sont maintenues après traitement thermique dans différentes conditions hygrométriques. En plus d'une immersion permanente dans l'eau et d'une conservation sous hygrométrie saturée (humidité relative de 100%), quatre autres conditions de conservation ont été retenues pour mener à bien cette étude. Il s'agit

d'environnements dont les humidités relatives sont contrôlées par des solutions salines saturées. Toutes ces conservations sont réalisées à 20°C.

Une série d'éprouvettes est ainsi immergée définitivement dans l'eau. Les conditions d'immersion sont identiques à celles détaillées dans la section II.3.5.

Une deuxième série d'éprouvettes est maintenue dans un dispositif permettant un conditionnement à 100% d'HR. Ce dispositif a fait l'objet d'un développement au sein de l'IFSTTAR et a été utilisé dans les travaux de [Martin, 2010]. Il s'agit d'un cylindre étanche en plexiglas dans lequel une réserve d'eau et une pompe assurent une circulation d'eau sur la paroi intérieure. Ceci permet de saturer l'air en vapeur d'eau et d'atteindre ainsi une HR de 100% (Figure III.2).



**Figure III.2 : dispositif de maintien à 100% d'HR**

Une dernière série d'éprouvettes est maintenue dans des dispositifs assurant différents niveaux d'humidité relative. Notre objectif initial était d'assurer quatre environnements dont le taux d'humidité se situe environ entre 90% et 98%. Les dispositifs permettant le maintien à ces conditions sont constitués de fûts étanches en plastique muni chacun d'une grille sur laquelle sont placées les éprouvettes de béton. La grille permet la circulation d'air humide, condition assurée par une solution saline saturée placée au fond de chaque fût. Les solutions sont autorisées à atteindre l'équilibre avec leurs vapeurs ce qui assure l'humidité envisagée dans l'air environnant (Figure III.3).



**Figure III.3 : dispositifs de conservation sous  $91\% < HR < 98\%$**

Quatre solutions salines ont été ainsi retenues pour contrôler ces conditions hygrométriques auxquelles les échantillons ont été exposés. Le choix des solutions a fait l'objet d'une étude préalable afin d'estimer la valeur d'HR assurée par chacune et d'évaluer son évolution au cours du temps après stockage de matériaux poreux. En effet, les données généralement signalées dans la littérature pour les valeurs d'HR assurées par les solutions salines saturées sont divergentes. En se basant sur les données de Young [Young, 1967] et les travaux visés par lui [Wexler et Hasegawa, 1954 ; O'Brien et al., 1948] ainsi que les données de [International Critical Tables, 1926], le Tableau III.5 récapitule les caractéristiques des sels retenus pour la préparation de nos solutions : le sulfate d'ammonium, le chlorure de potassium, le chlorure de baryum et le sulfate de potassium. Chacune des valeurs d'HR données par [Young, 1967] et [O'Brien, 1948] s'obtient après avoir atteint un équilibre à  $25^{\circ}\text{C}$  entre la pression de vapeur des solutions saturées et l'air environnant. Elle est considérée comme une valeur approximative obtenue dans un environnement ne contenant pas de matériaux poreux susceptibles d'intervenir sur l'hygrométrie. Cependant, Young [Young, 1967] souligne l'effet que le stockage dans l'air de matériaux poreux, tels que le mortier et le béton, peut avoir sur l'échange d'humidité avec l'air environnant. L'échange hydrique entre le matériau et l'air conduit généralement à un retard dans l'atteinte des conditions constantes d'humidité relative. Par conséquent, ces valeurs théoriques ne sont pas valables dans le cas d'un environnement dans lequel sont stockés des matériaux poreux.

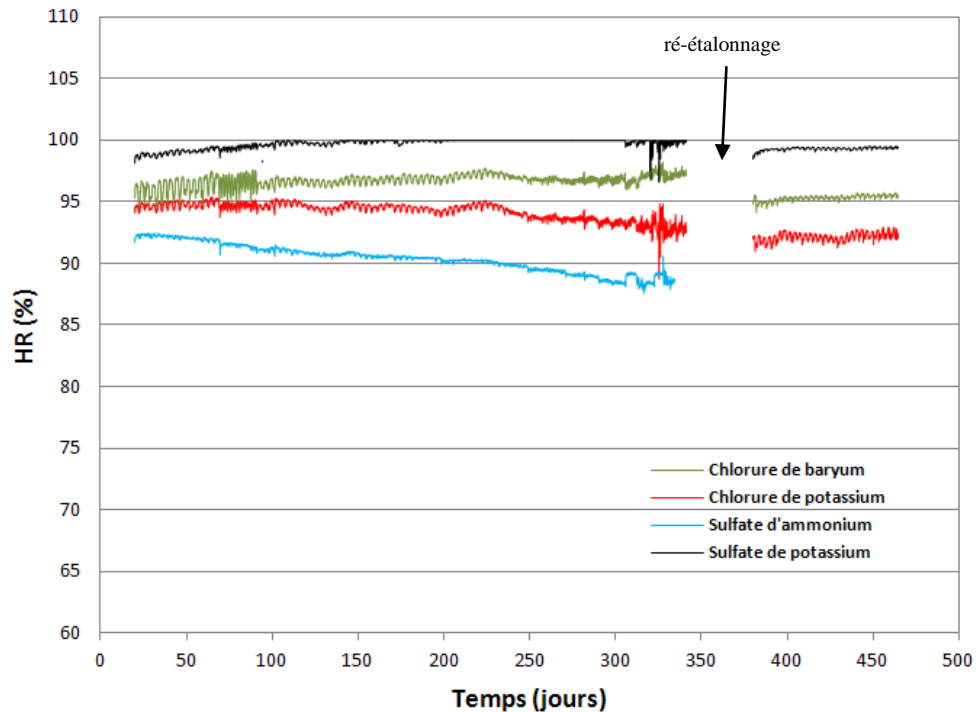
<i>Sel</i>	<i>Sulfate d'ammonium (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></i>	<i>Chlorure de potassium KCl</i>	<i>Chlorure de baryum BaCl<sub>2</sub></i>	<i>Sulfate de potassium K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></i>
<i>Gamme de température fiable (°C), (Young)</i>	25-50	5-40	5-60	15-60
<i>dHR/dT (%/°C) (Young)</i>	-0,07	-0,16	-0,08	-0,05
<i>HR à 25°C (Young)</i>	80,2	84,2	90,3	97
<i>HR à 25°C (O'Brien)</i>	81-89	84-89	88-93	100

**Tableau III.5 : valeurs d'humidité relative apportées par les sels et leur dépendance de la température - valeurs données par Young [Young, 1967] et O'Brien [O'Brien, 1948] à 25°C**

La mesure de valeurs d'humidité relative fiables s'est révélée délicate, surtout que pour des humidités élevées, la précision de capteurs de mesure est souvent difficile à garantir. Dans notre étude, et durant toute la durée de conservation des éprouvettes de béton, l'humidité relative a été suivie à l'intérieur de chacun des dispositifs de stockage à l'aide d'un capteur de mesure dont le niveau de précision est de l'ordre de  $\pm 0,8\%$ . Mais l'exactitude du capteur diminue lors de mesures de niveaux d'humidité élevés pour des longues périodes.

Une fois les corps d'épreuve stockés dans les fûts, et après avoir relativement atteint les conditions d'équilibre relatif, l'HR est quasiment constante et proche de la valeur recherchée. Les valeurs atteintes à 20°C sont proches de 91%, 94%, 96% et 98%, respectivement pour les solutions de sulfate d'ammonium, de chlorure de potassium, de chlorure de baryum et de sulfate de potassium. L'humidité assurée par certaines solutions étant très influencée par les fluctuations de la température autour de 20°C, la température de la salle de stockage a été ainsi contrôlée avec précaution pour être maintenue proche de 20°C. La Figure III.4 montre l'évolution de l'HR dans chacun des dispositifs de conservation. Quelques fluctuations sont observées, et une augmentation est surtout notée dans l'évolution de l'HR de 98%. Cette augmentation a été prévue du fait du long séjour de la sonde à une humidité proche de la saturation qui conduit à une dérive des grandeurs mesurées. De plus, une légère diminution est observée dans le cas d'HR de 91% durant toute la durée de stockage des éprouvettes. Des légères diminutions sont également observées dans les évolutions des HR de 94% et 96%, après avoir réalisé un étalonnage et un re-ajustage des sondes de mesure (à partir de l'âge de 340 jours). Mais ces diminutions sont plutôt dues aux échanges hydriques entre les matériaux et l'air environnant. Les suivis massiques que l'on présentera ultérieurement permettront de disposer d'explications complémentaires.

D'une manière générale, et étant donné que dans la réalité on ne peut jamais avoir un taux d'humidité constant, les proportions de ces fluctuations d'humidité semblent acceptables. Il apparaît tout de même intéressant, pour plus de précisions, de confronter également nos données aux suivis massiques des corps d'épreuve.



**Figure III.4 : évolution de l'humidité relative dans les dispositifs de conservation**

Enfin, afin d'évaluer les effets d'une humification tardive sur le gonflement dû à la RSI, les éprouvettes initialement conservées à 91% d'HR ont été immergées dans l'eau à l'âge de 334 jours. De plus, des éprouvettes initialement immergées dans l'eau ont été protégées par revêtement à l'âge de 90 jours. Cette date a été choisie lors de l'initialisation du gonflement (les résultats d'expansion seront présentés ultérieurement) pour évaluer l'influence de l'arrêt de l'apport d'eau externe sur l'évolution de l'expansion. Le revêtement est réalisé à l'aide de trois couches d'aluminium autoadhésif. Ces éprouvettes ont été conservées à 100% d'HR après l'application du revêtement.

Dans la suite, la nomenclature définie pour les corps d'épreuve est la suivante :

- *Im* pour les éprouvettes immergées définitivement dans l'eau ;
- *HR100* pour les éprouvettes conservées à 100% d'HR ;
- *HR94, HR96 et HR98* pour les éprouvettes conservées respectivement sous une HR de 94%, 96% et 98% ;

- *HR91-Im* pour les éprouvettes qui ont été conservées à 91% d'HR puis immergées dans l'eau à partir de l'âge de 334 jours ;
- *Im-sc* pour les éprouvettes qui ont été immergées dans l'eau puis conservées sous scellement à 100% d'HR à partir de l'âge de 90 jours (sc = scellé).

### III.2.4. Suivi des corps d'épreuve

De nombreux suivis expérimentaux ont été réalisés sur les éprouvettes de béton durant leur conservation. Les grandeurs suivantes, dont les protocoles de suivi sont identiques à ceux décrits dans la section II.3.6, ont été mesurées au cours du temps :

- Suivi de masse, d'expansion et de module dynamique : ces suivis sont réalisés sur tous les corps d'épreuve. Pour chacune des conditions hydriques de conservation, trois éprouvettes de béton sont mises en œuvre pour ces mesures, et la valeur de la grandeur mesurée correspond à la moyenne des valeurs mesurées sur les trois éprouvettes ;
- Suivi de la perméabilité au gaz et de la porosité accessible à l'eau dans l'optique d'évaluer l'influence du gonflement sur les propriétés de transfert du béton. Ces mesures sont effectuées à cinq échéances sur les bétons Im et HR100. Les échéances de mesure sont choisies à partir de l'évolution dimensionnelle du matériau : à 28 jours, lors de l'initialisation du gonflement, à l'issue du gonflement intermédiaire, à l'issue du gonflement intense et en phase asymptotique (Figure III.5). De plus, des mesures à deux échéances (aux âges de 28 et 245 jours) sont réalisées sur les bétons HR91-Im, HR94, HR96 et HR98.

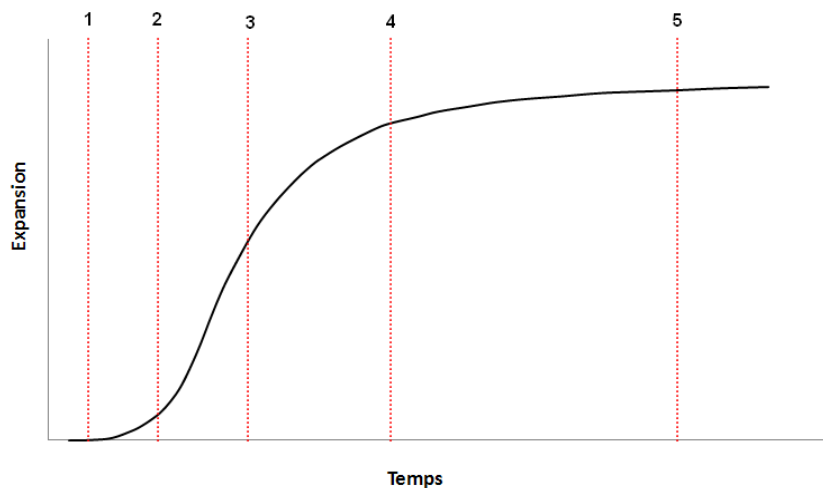


Figure III.5 : échéances de prélèvement des éprouvettes pour mesure de la porosité accessible à l'eau et de la perméabilité au gaz – cas des bétons Im et HR100

### **III.2.5. Observations au Microscope Electronique à Balayage**

Dans le but d'identifier la microstructure du béton, nous avons eu recours à des observations au microscope électronique à balayage (MEB - Philips XL 30). Ces observations nous permettent également de confirmer l'origine des gonflements, de vérifier la présence de l'ettringite et de déterminer sa localisation au sein du matériau. Cette technique, qui utilise le principe des interactions électrons-matière, consiste en une projection d'un faisceau d'électrons primaires sur l'échantillon à analyser, et les électrons réémis (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés) apportent différents types d'informations sur la microstructure de l'échantillon.

Les électrons secondaires résultent d'une interaction entre le faisceau électronique et l'échantillon, et sont émis des couches superficielles proches de la surface. Ces électrons sont sensibles aux variations de celle-ci et permettent donc d'obtenir des renseignements sur la topographie de l'échantillon.

Les électrons rétrodiffusés résultent de l'interaction des électrons du faisceau primaire avec des noyaux d'atomes de l'échantillon. Ces électrons peuvent être émis à une profondeur plus grande que celle des électrons secondaires et sont sensibles au numéro atomique des atomes constituant l'échantillon. Les atomes plus lourds réémettront plus d'électrons que les atomes plus légers. Ainsi, les zones constituées d'atomes avec un numéro atomique élevé apparaîtront plus claires que celles dont le numéro atomique est petit.

Nos échantillons ont été observés en utilisant deux techniques :

- la technique des électrons secondaires sur des cassures fraîches obtenues par fracture, qui permet de donner une information topographique,
- la technique des électrons rétrodiffusés sur des surfaces polies obtenues après sciage, enrobage en résine et polissage qui permet d'obtenir des images en contrastes de numéro atomique moyen des phases.

Les échantillons sont préalablement métallisés au carbone pour assurer une bonne conductivité.



### **III.3. Présentation et analyse des résultats**

Cette section décrit et interprète les résultats des différents essais expérimentaux réalisés au cours de ces travaux.

#### **III.3.1. Etude des évolutions massiques et dimensionnelles**

Les suivis dimensionnels et massiques des éprouvettes de béton conservées sous différentes conditions hygrométriques sont illustrés dans la Figure III.6.

Les résultats montrent des cinétiques de gonflement et des amplitudes identiques pour le béton immergé dans l'eau et le béton conservé à 100% d'HR. De plus, ces bétons voient leurs masses croître d'une façon identique, et ont ainsi un comportement tout à fait similaire qui semble être stabilisé à ce jour. La courbe d'expansion pour ces bétons a une forme de sigmoïde. Leur gonflement présente une nette accélération aux alentours de 50 jours. Cette accélération atteint un maximum puis s'atténue, et la courbe se stabilise à un palier. L'expansion atteint, après 530 jours d'essai, environ 1,3%. Ceci ne semble pas cohérent avec des études antérieures réalisées sur des bétons soumis à des cures thermiques, qui montrent des cinétiques de gonflement plus rapides et des amplitudes plus importantes pour les éprouvettes conservées en eau que celles conservées à 100% d'HR [Martin, 2010]. Ceci est vraisemblablement dû au fait que la conservation en eau dans l'étude de [Martin, 2010] a été réalisée dans des bacs. Ce type de conservation peut induire une lixiviation des alcalins relativement importante, ce qui conduit à une forte chute de pH et favorise la précipitation de l'ettringite. En effet, le volume d'eau est relativement important en comparaison avec le volume du béton. Martin [Martin, 2010] mentionne que la présence d'une plus grande quantité d'eau sous forme liquide pour les éprouvettes immergées pourrait être à l'origine de ces différences. Ses essais de suivi de la teneur en alcalins montrent que la lixiviation des alcalins est bien plus importante en eau qu'en atmosphère saturée. Cependant, le volume d'eau nécessaire à l'immersion de nos éprouvettes est très limité. Ceci limite le phénomène de lixiviation des alcalins dans le béton immergé dans l'eau et pourrait être à l'origine de l'obtention de comportements similaires pour ces deux modes de conservation.

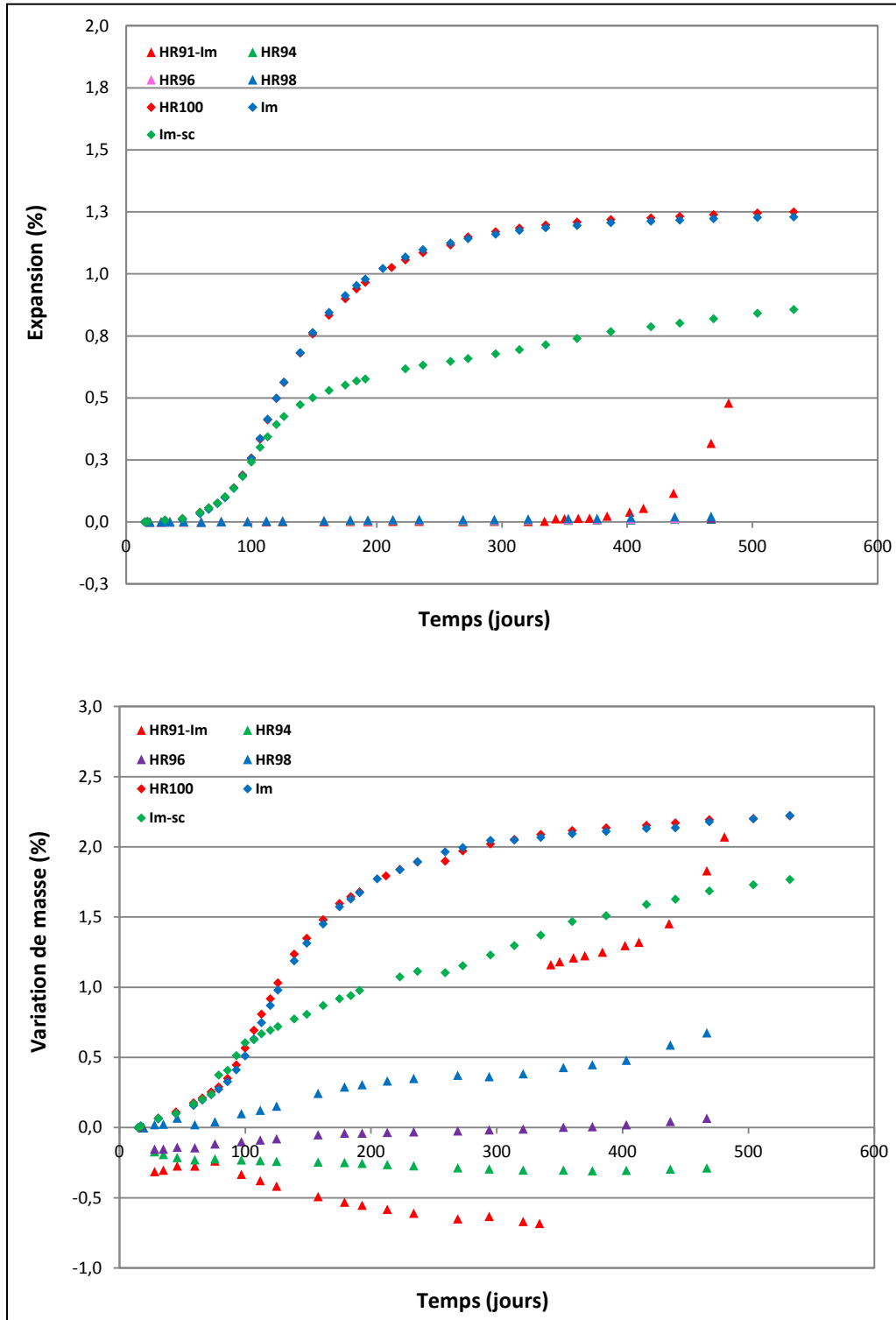


Figure III.6 : suivis dimensionnels et massiques des bétons

D'autre part, après 470 jours d'exposition, les bétons conservés sous des humidités relatives comprises entre 91% et 98% n'ont toujours pas montré d'expansion significative. La Figure III.7 permet, grâce à une échelle dilatée, d'observer plus particulièrement les faibles

gonflements de ces bétons. Le gonflement maximal correspond au béton HR98, mais reste à ce jour négligeable et ne dépasse pas 0,03%. L'absence de gonflement important pour ces bétons pourrait être expliquée par le fait que dans le cas des conditions d'immersion dans l'eau et d'une conservation sous HR de 100%, les éprouvettes sont plus rapidement saturées en eau au jeune âge (<90 jours) de sorte qu'une lixiviation des ions alcalins devrait être plus rapide que dans le cas d'une conservation à des HR inférieures à 98%. Ces matériaux ne semblent pas suffisamment humidifiés pour permettre cette lixiviation et ainsi le développement des gonflements. Cependant, les gonflements ne sont pas nécessairement bloqués mais pourraient être seulement retardés. En effet, les pH internes de ces matériaux sont maintenus élevés, conduisant ainsi à un ralentissement considérable dans la désorption des sulfates adsorbés sur les C-S-H lors de la cure thermique [Divet et Randriambololona, 1998]. De ce fait, les sulfates sont moins mobiles et les cinétiques d'expansion sont fortement ralenties. Les comportements de ces bétons sont très difficiles à prévoir du fait de la nécessité d'un très long suivi. Les essais seront donc poursuivis au-delà de cette thèse.

Le suivi massique du béton HR98 montre une prise de poids lente et progressive au cours du temps, mais qui reste inférieure à celle des bétons HR100 et Im. Cet apport d'eau, qui ne s'accompagne de variation dimensionnelle significative, est dû dans un premier temps au remplissage de la porosité, et dans un second temps à l'hydratation progressive du ciment anhydre. On note, aux alentours de 400 jours, une augmentation de la cinétique de cette prise de poids accompagnée d'une légère accélération du gonflement. La prise de masse de ce béton atteint à ce jour environ 0,67%.

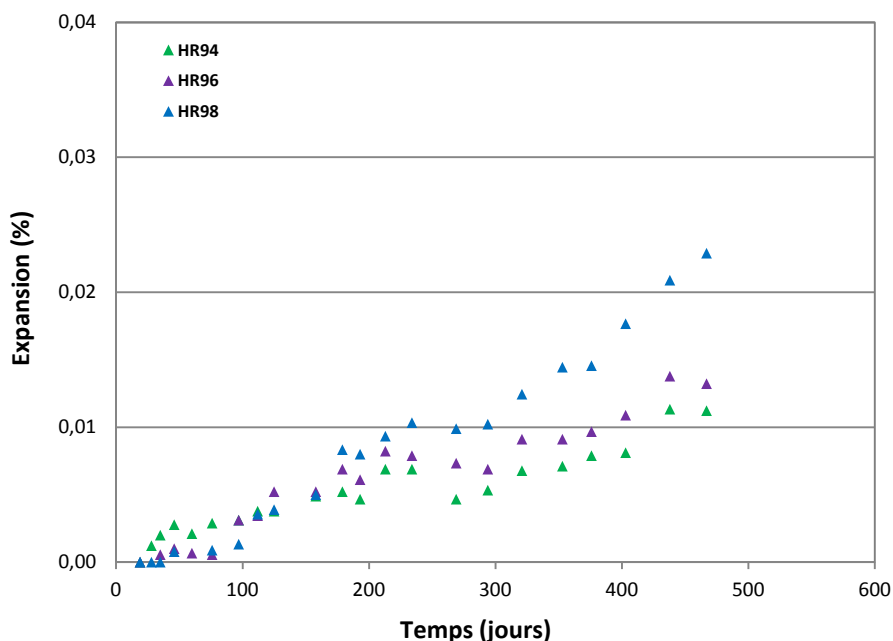


Figure III.7 : courbe de gonflement des bétons HR94, HR96 et HR98

Le béton HR94 présente une perte de masse qui atteint environ -0,30% après 400 jours d'exposition, suivie d'un gain de masse au cours des 100 jours suivants. Le gonflement de ce béton est négligeable, et ne dépasse pas 0,02% en fin d'essai. Le béton HR96 voit également sa masse diminuer dans premier temps, puis commence à gagner du poids aux alentours de 230 jours. Ce béton reprend sa masse initiale à l'âge de 350 jours, et son gonflement ne dépasse pas également 0,02% en fin d'essai (Figure III.7). Il semble que le séchage de ces bétons conduise à un blocage de la RSI par manque d'eau, nécessaire à la formation de l'ettringite d'une part et responsable d'une lixiviation des ions alcalins d'autre part. Il est à noter que cette re-augmentation de masse pourrait expliquer la diminution de l'HR mesurée dans les dispositifs de stockage de ces bétons (cf. Figure III.4).

Ces résultats ne sont pas en accord avec ceux rapportés par [Graf, 2007] qui a étudié l'impact de l'humidité relative sur le développement de la RSI en conservant des mortiers dans des environnements contrôlés par des solutions salines assurant des taux d'humidité allant de 75% à 100%. En effet, il constate des expansions pour des HR supérieurs à 92%, et une absence de gonflements pour des HR inférieures ou égales à 90%. Les gonflements observés sont d'autant plus précoces et importants que l'humidité environnante augmente. Il est important de signaler que les mortiers de [Graf, 2007] ont été chauffés au jeune âge à 90°C pendant 10 heures (cycle représentatif de la préfabrication) alors que nos éprouvettes de béton ont été soumises à un traitement thermique ayant un palier de température constante de 80°C durant 3 jours (qui est normalement plus sévère).

Cependant, les résultats de [Graf, 2007] présentent des expansions individuelles fortement différentes des corps d'épreuve conservés dans chacune des conditions d'humidité relative. À titre d'exemple, la Figure III.8 illustre les évolutions dimensionnelles individuelles de quatre mortiers conservés sous une HR de 92%. On constate qu'un échantillon (échantillon C) présente une expansion de l'ordre de 0,5% à 800 jours, tandis qu'un autre échantillon (échantillon D) présente un gonflement dépassant 1,5% à 700 jours (la valeur d'expansion finale correspondante est issue de la moyenne des expansions des échantillons B, C et D). Ceci est également observé pour les autres humidités relatives, et seuls les corps d'épreuve immergés dans l'eau ont montré des expansions uniformes. Se pose alors la question de la représentativité et la fiabilité des résultats obtenus par [Graf, 2007]. Des fortes fluctuations dans les suivis des humidités relatives sont également observées dans ses dispositifs de conservation (Figure III.9).

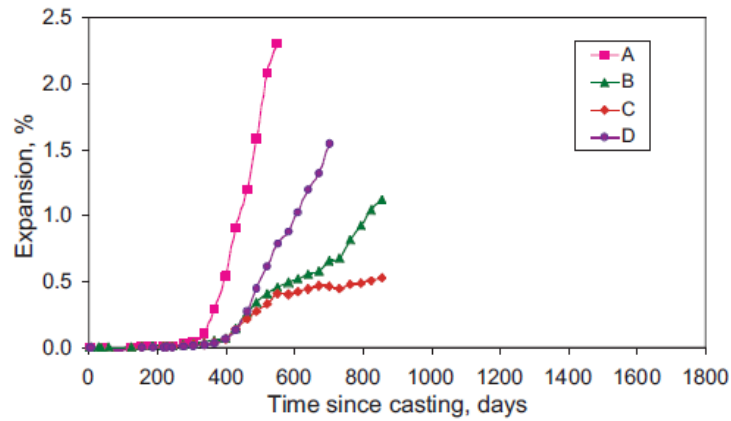


Figure III.8 : courbe d'expansion montrant des évolutions individuelles non uniformes des mortiers conservés sous une humidité relative de 92% [Graf, 2007]

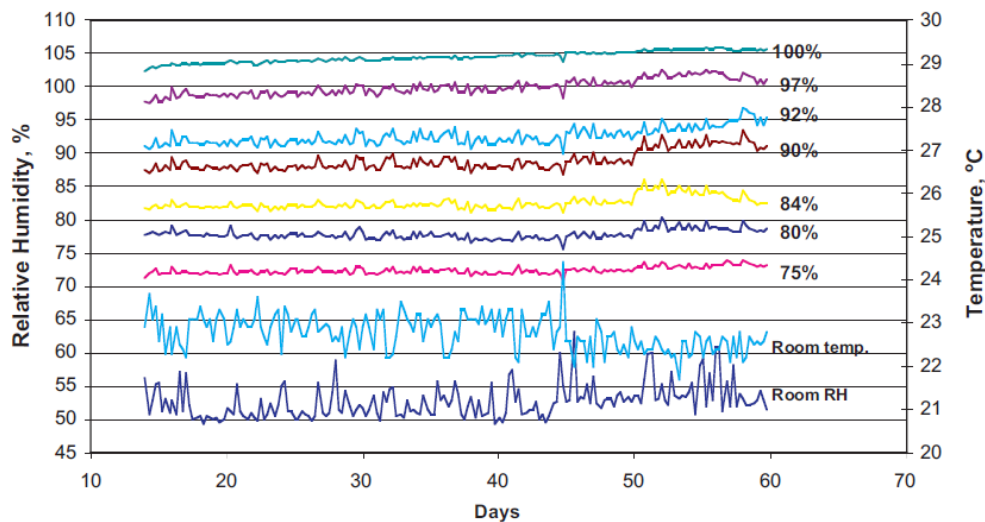


Figure III.9 : suivi d'humidité relative dans l'étude de [Graf, 2007]

Les variations massiques individuelles de nos corps d'épreuve sont présentées dans la Figure III.10, et montrent des évolutions fortement uniformes dans toutes les conditions de conservation. Ceci confirme l'homogénéité de la répartition de l'humidité dans nos dispositifs de stockage.

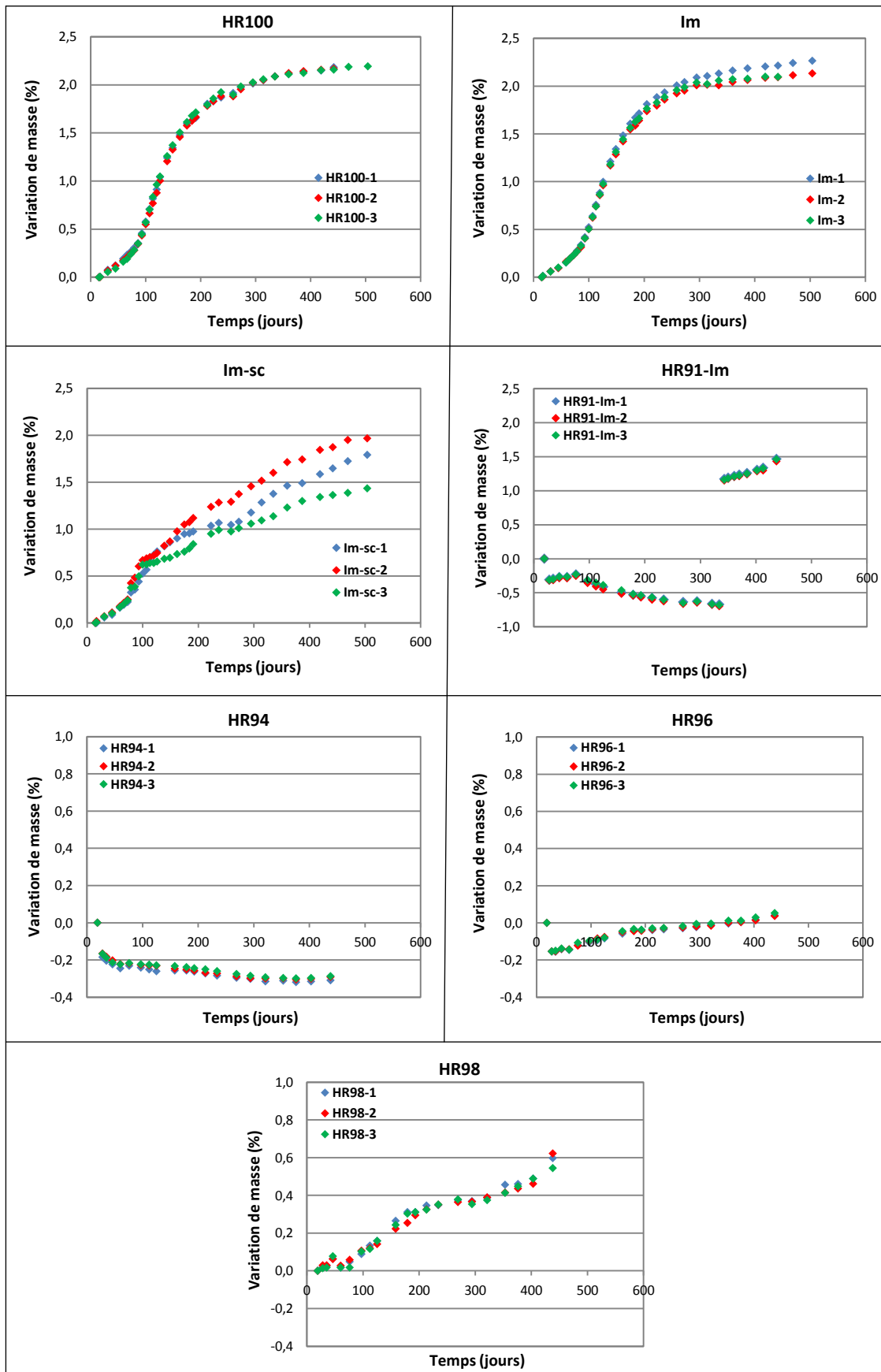


Figure III.10 : évolutions massiques individuelles des éprouvettes

D'autre part, pour les éprouvettes HR91-Im, conservées initialement sous une HR de 91% puis soumises à une immersion tardive, on constate au moment de l'immersion un gain de masse brutal. Ensuite, durant les semaines suivantes, on observe un gain de masse progressif correspondant à une re-saturation des matériaux. Cette humidification tardive est accompagnée par une accélération du gonflement. Il apparaît que la cinétique du gonflement et la période de latence à l'issue de laquelle les expansions se déclarent sont identiques à celles observées dans le cas d'une humidification précoce. Ceci confirme le fait que l'exposition du matériau à une HR insuffisante pour l'apparition d'une RSI ne conduit pas à une suppression définitive du potentiel de gonflement, et vérifie la possibilité de gonflement lors d'une humidification ultérieure.

Le suivi des éprouvettes Im-sc, initialement immergées dans l'eau puis conservées sous revêtement lors de l'initialisation du gonflement, présente un ralentissement important du gonflement dès l'application du revêtement. Cependant, l'apport externe d'eau n'a pu être évité malgré toutes les précautions prises du fait que l'aluminium n'a pas pu résister à l'eau pour une longue durée. Ainsi, on constate une poursuite de gain de masse pour ces éprouvettes. La prise de masse semble atteindre un niveau très proche de celui atteint par les bétons Im et HR100. Ceci est accompagné d'une re-accélération de l'expansion qui atteint des valeurs très élevées (0,9% à 530 jours). Par conséquent, nous n'avons pas pu étudier l'influence d'un arrêt complet d'apport d'eau externe sur la poursuite du gonflement par RSI, et ainsi vérifier si le gonflement se stabilise ou pas. Une application d'un revêtement étanche sans remise des bétons à 100% d'HR permettra d'apporter des éléments d'informations.

Enfin, il pourrait se révéler intéressant d'envisager des essais de gammadensimétrie afin de vérifier si l'humidité relative est homogène suivant l'épaisseur de l'éprouvette. Ceci permettra également d'évaluer l'impact d'un gradient d'HR dans une éprouvette, s'il existe, sur la lixiviation des ions alcalins et ainsi sur le gonflement par RSI.

### **III.3.2. Comportement hydrique**

La Figure III.11 compare les évolutions des expansions en fonction des variations de masse pour les bétons Im, Im-sc, HR100, HR98 et HR91-Im. Malgré des gonflements nettement moins importants pour le béton Im-sc, on observe des comportements hydriques similaires pour les matériaux Im, Im-sc et HR100. En effet, on note qu'au delà d'un seuil de prise de masse de l'ordre de 0,2%, les expansions et les prises de masse de ces corps d'épreuve sont liées par une relation affine, et les courbes se révèlent quasi-linéaires, possédant des pentes similaires. De plus, lors de l'initialisation du gonflement du béton

HR91-Im suite à une immersion tardive dans l'eau, on constate une pente identique à celle des bétons soumis à des humidifications précoces, traduisant ainsi un comportement hydrique similaire.

En revanche, le comportement hydrique du béton HR98 semble être différent. En effet, une prise de masse de l'ordre de 0,70% est atteinte pour ce béton mais aucune accélération du gonflement n'a été observée. Ceci pourrait correspondre à un changement de microstructure (microporosité et interfaces pâte-granulats) pouvant conduire à des transformations du comportement hydrique et mécanique du matériau. La quantité d'eau nécessaire à la lixiviation des ions alcalins, qui favorise la précipitation de l'ettringite, ne semble pas identique pour tous les modes de conservation. Cette différence du béton HR98 par rapport aux autres bétons, bien qu'ayant tous la même composition, pourrait indiquer que le gonflement est une conséquence aussi bien des effets mécaniques que des effets chimiques.

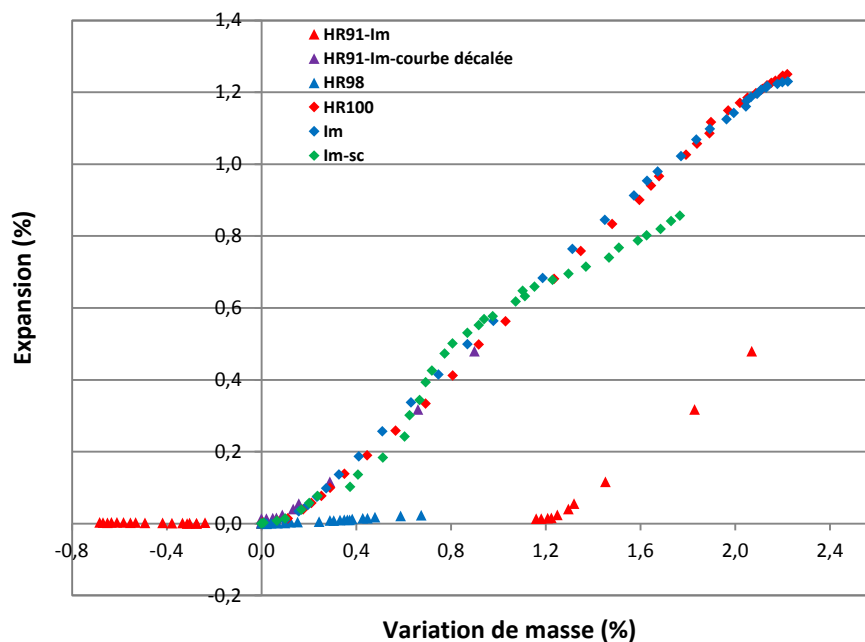


Figure III.11 : évolution des expansions en fonction des variations massiques

### III.3.3. Caractérisation du lessivage des alcalins

Dans le but d'appuyer nos interprétations concernant le rôle joué par la lixiviation des alcalins sur les gonflements observés, nous avons réalisé des mesures des teneurs en ions  $K^+$  et  $Na^+$  au sein du béton HR98 à l'âge de 520 jours et au sein des bétons Im et HR100 à l'âge de 590 jours. L'appareillage utilisé pour doser ces ions est la spectrométrie d'émission

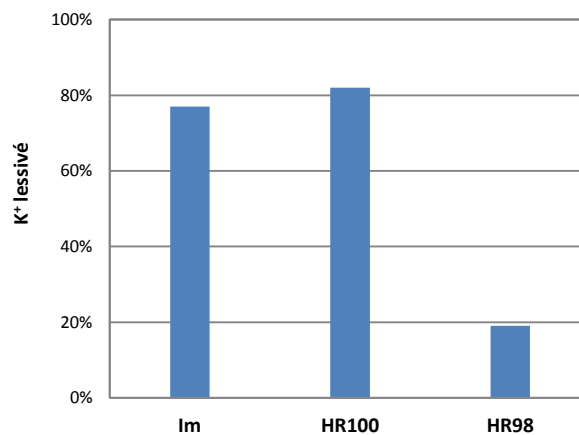


atomique par plasma appelé encore ICP-AES (Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy). Ensuite, nous avons comparé les quantités des ions lessivés à celles initialement contenues dans les bétons. Les quantités initiales sont estimées à partir des teneurs des ions dans le ciment et du dosage de celui-ci dans le béton (Tableau III.6).

	<i>% massique dans le ciment</i>	<i>% massique dans le béton</i>
$K^+$	0,85	0,14
$Na^+$	0,09	0,02

**Tableau III.6 : quantités initiales d'alcalins (masse volumique du béton ~2400 kg/m<sup>3</sup>, dosage en ciment 400 kg/m<sup>3</sup>)**

La Figure III.12 compare les pourcentages massiques des ions  $K^+$  lessivés de ces bétons. Les quantités de  $Na^+$  lessivés n'ont pas pu être estimées du fait de la très faible proportion de cet ion dans le béton (de l'ordre 0,02%). De ce fait, il est difficile de comparer les quantités initiales à celles dosées à des tels ordres de grandeur.



**Figure III.12 : comparaison de  $K^+$  lessivé des bétons HR100 et Im à l'âge de 590 jours et du béton HR98 à l'âge de 520 jours (% massique)**

Les résultats de ces mesures montrent que la quantité des ions  $K^+$  lessivés en eau et en atmosphère saturé est nettement plus importante que celle sous une humidité relative de 98%. Ceci confirme les hypothèses que nous avons formulées précédemment. L'absence d'une lixiviation importante des alcalins dans le béton HR98 peut donc expliquer l'absence d'une accélération de gonflement dans ce matériau. Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par les travaux de [Famy et al., 2001 ; Leklou, 2008] qui montrent que la précipitation de l'ettringite est favorisée par le lessivage des alcalins. Ceci est dû au fait que la solubilité de l'ettringite dépend aussi bien de la température que de la basicité.

### III.3.4. Etude des évolutions du module dynamique

Dans le but d'évaluer l'endommagement du béton au cours du temps, des suivis du module dynamique ont été réalisés par des mesures de fréquence de résonance. Ces mesures sont reportées dans la Figure III.13.

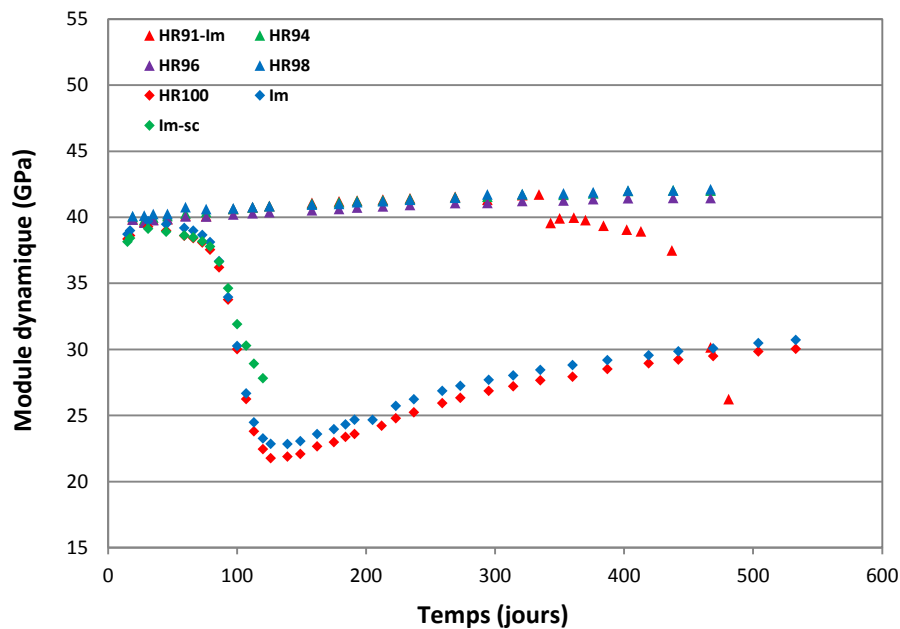


Figure III.13 : évolution des modules dynamiques

L'absence du gonflement dans les bétons HR94, HR96 et HR98 se traduit par une hausse très lente et progressive du module, indicatrice d'une très légère amélioration des performances mécaniques suite à la poursuite de l'hydratation des grains de ciments anhydres.

Par contre, dans le cas des bétons HR100 et Im atteints de RSI, on observe une chute significative du module dynamique lorsque le point d'inflexion de l'accélération de la courbe d'expansion est atteint. Cette baisse du module traduit l'endommagement du matériau par une diminution de ses caractéristiques mécaniques de raideur. Ensuite, le ralentissement de l'expansion conduit à une augmentation progressive du module, qui pourrait être attribuée à un colmatage de fissures mais également à une poursuite de la réaction d'hydratation du ciment. Les évolutions de module de ces bétons sont semblables du fait de la similitude des évolutions massiques et dimensionnelles.

Le module du béton Im-sc, initialement immergé dans l'eau puis conservé avec un revêtement lors de l'initialisation du gonflement, présente dans un premier temps une variation identique

à celle des bétons HR100 et Im. Ensuite, la chute du module semble être moins importante du fait du ralentissement du gonflement dû à l'arrêt d'apport d'eau externe. Malheureusement, le module de ce béton n'a pas pu être mesurable après l'application du revêtement. En effet, le dispositif de mesure de fréquence de résonance était incapable de fournir un spectre fréquentiel des oscillations.

Finalement, le béton HR91-Im montre dans un premier temps un gain lent et progressif de son module (similaire au cas des bétons HR94, HR96 et HR98). En revanche, ce gain est suivi d'une chute qui traduit son endommagement suite au développement des gonflements après immersion tardive dans l'eau.

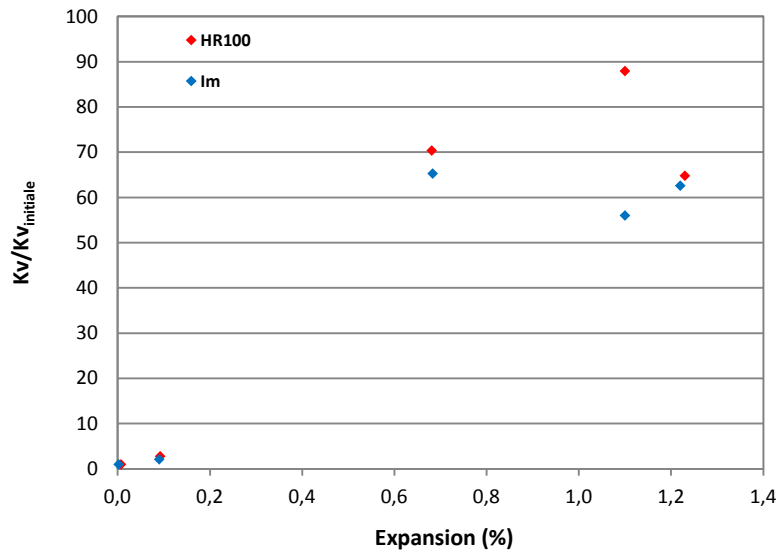
Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par [Brunetaud, 2005] qui montre que l'absence de gonflement se traduit par un gain progressif de module et qu'un gonflement sigmoïde est à l'origine d'une baisse de module, synonyme d'endommagement.

### **III.3.5. Etude de l'interaction gonflement-perméabilité-porosité**

#### **III.3.5.1. Influence de l'expansion sur la perméabilité**

Afin de mettre en évidence dans quelle mesure l'état d'expansion influence la perméabilité du béton, des suivis de celle-ci ont été effectués à différents niveaux d'expansion. Nous avons réalisé, à l'aide d'un perméamètre Cembureau, des mesures de la perméabilité au gaz (azote) à cinq échéances sur les bétons HR100 et Im (aux âges 28, 77, 140, 240 et 440 jours). Deux mesures ont été également effectuées (aux âges 28 et 245 jours) sur les bétons HR91-Im, HR94, HR96 et HR98. Le suivi sur ces matériaux n'a pas été poursuivi du fait de l'absence du gonflement.

La Figure III.14 représente l'évolution de la perméabilité relative (rapport entre la perméabilité intrinsèque mesurée à un niveau d'expansion donné et la perméabilité intrinsèque initiale mesurée à 28 jours) des bétons Im et HR100 en fonction du niveau d'expansion atteint. Les résultats obtenus mettent en évidence un comportement quasi-semblable pour ces deux bétons. Hormis les mesures réalisées à la quatrième échéance où une différence est observée, nous remarquons que les évolutions sont très proches. Il apparaît clairement que pour un même niveau d'expansion atteint, les rapports d'accroissement de la perméabilité sont quasiment identiques.



**Figure III.14 : évolution avec l'expansion du rapport d'accroissement de la perméabilité intrinsèque – cas des bétons HR100 et Im**

Une augmentation très importante, d'un facteur d'environ 65-70, de la perméabilité intrinsèque de ces bétons par rapport à la perméabilité initiale est observée pour une expansion avoisinant 0,7%. Ainsi, l'endommagement créé dans le béton semble avoir une forte influence sur la perméabilité. L'accroissement très important de celle-ci doit correspondre à la formation d'un réseau de microfissures connectées réparties dans la matrice cimentaire de ces matériaux. Au delà de cette expansion, et étant donné que le gonflement à ce niveau commence à subir un ralentissement, l'évolution de la perméabilité du béton immergé dans l'eau tend à se stabiliser jusqu'à fin de suivi. Ce rapport demeure quasi-constant, voire diminue très légèrement (les deux dernières mesures montrent des rapports qui restent au voisinage de 60). Durant cette phase, une formation possible de microfissures non connectées pourrait être à l'origine de cette stabilisation de la perméabilité. Cependant, on constate lors de la mesure à la quatrième échéance, que ce rapport subit une augmentation dans le cas du béton conservé sous une HR de 100% pour enfin re-diminuer et atteindre à nouveau une valeur de l'ordre de 65 (lors de la dernière échéance). Cette diminution pourrait s'expliquer par la capacité du matériau à rétablir la perméabilité suite à la refermeture des fissures par remplissage d'ettringite formée. Cet effet a été remarqué aussi bien sur les perméabilités intrinsèques que sur les perméabilités apparentes. Celles-ci, mesurées sous plusieurs pressions moyennes, subissent effectivement des évolutions identiques à celles des perméabilités intrinsèques (Figure III.15).

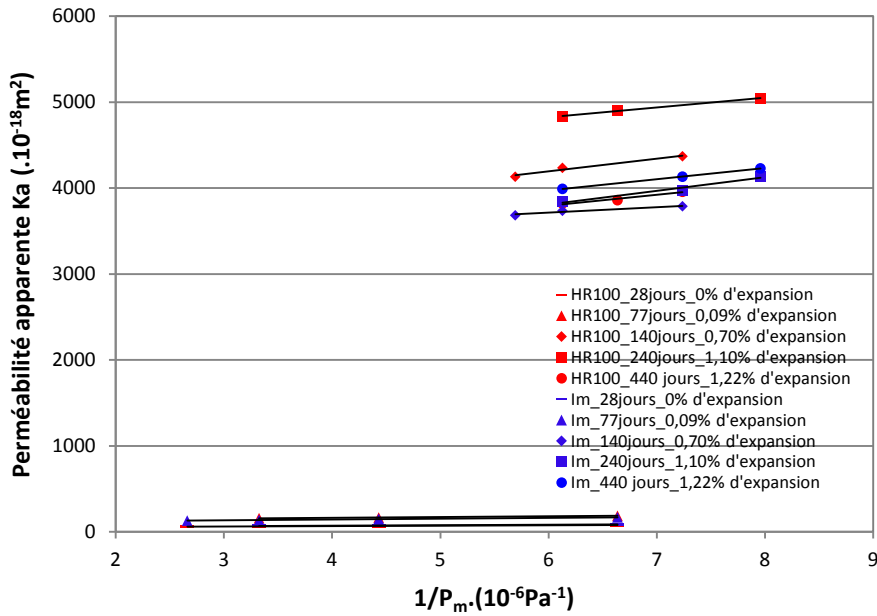


Figure III.15 : effet de l'expansion sur la perméabilité apparente – cas des bétons HR100 et Im

D'autre part, aucune modification n'a été observée dans la perméabilité des bétons HR91-Im, HR94, HR96 et HR98, non atteints de RSI. En effet, la perméabilité de ces matériaux, qui ne présentent aucune expansion significative, reste pratiquement constante après 245 jours de conservation. Les mesures des perméabilités apparentes à 28 et 245 jours sont illustrées dans la Figure III.16. La perméabilité au gaz peut donc efficacement distinguer un béton endommagé par RSI d'un béton sain.

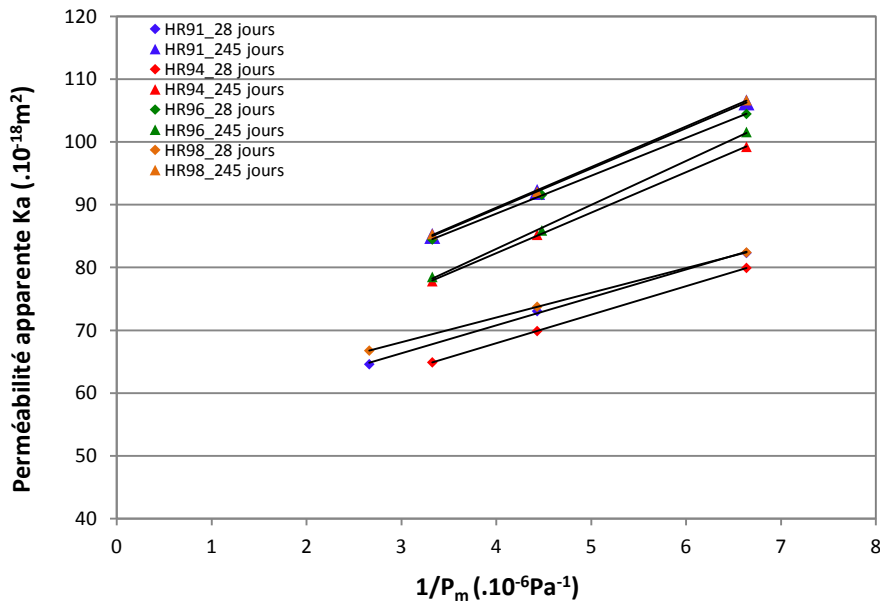
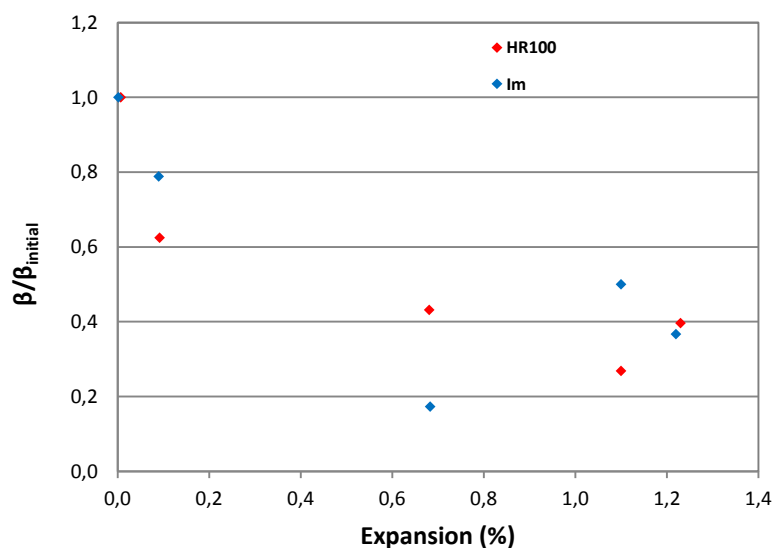


Figure III.16 : perméabilité apparente des bétons HR91-Im, HR94, HR96 et HR98

### III.3.5.2. Effet de Klinkenberg sous expansion

La Figure III.17 montre l'évolution du rapport d'accroissement du coefficient  $\beta$  de Klinkenberg. Celui-ci est proportionnel à la finesse moyenne du réseau poreux et donc inversement proportionnel à la taille moyenne des pores, en fonction de l'expansion atteinte pour les bétons HR100 et Im. Ce rapport d'accroissement représente le rapport entre le coefficient de Klinkenberg mesuré à un niveau d'expansion donné et le coefficient de Klinkenberg initial mesuré à l'âge de 28 jours. Les résultats montrent que  $\beta$  subit globalement une diminution avec les expansions subies par les bétons. Cette diminution atteste d'une augmentation du rayon moyen des pores participant à l'écoulement global et de la section moyenne des fissures traversées par le gaz. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que les dégradations au niveau de la microstructure du matériau, dues aux contraintes exercées par le gonflement, ont provoqué une formation de nouveaux pores de section moyenne plus importante que celle des pores préexistants.

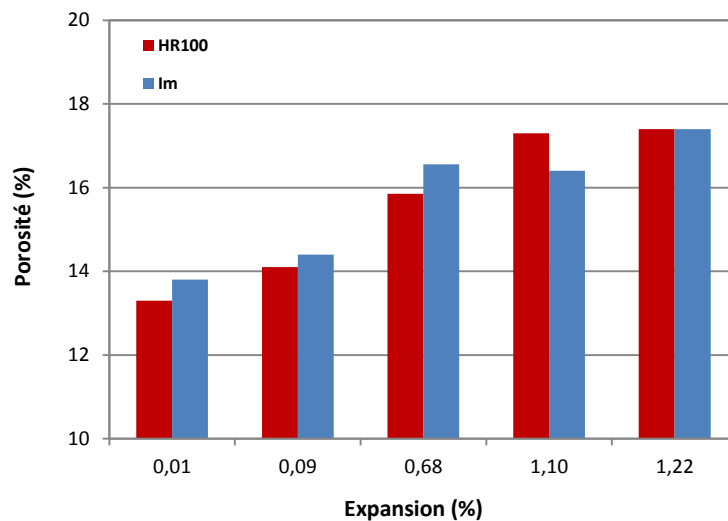
De plus, l'évolution du coefficient de Klinkenberg rejoint les résultats de l'évolution de la perméabilité présentés dans le paragraphe précédent. En effet, on constate une bonne corrélation entre les évolutions de ces deux paramètres : une augmentation de  $\beta$  pour le béton Im à la quatrième échéance accompagnée d'une diminution de la perméabilité, est suivie par une légère diminution de  $\beta$  à la dernière échéance accompagnée d'une augmentation de la perméabilité. Ceci est également observé sur le béton HR100 mais avec des évolutions inverses.



**Figure III.17 : évolution avec l'expansion du rapport entre le coefficient de Klinkenberg  $\beta$  déterminé à un niveau d'expansion donné et le coefficient de Klinkenberg  $\beta$  initial à 28 jours - cas des bétons HR100 et Im**

### III.3.5.3. Evolution de la porosité avec l'expansion

La Figure III.18 présente les résultats de l'évolution de la porosité accessible à l'eau des bétons HR100 et Im, atteints de RSI, en fonction de l'expansion. On constate une augmentation significative (de l'ordre de 4%) de la porosité de ces bétons lorsque l'expansion atteint en fin de suivi des valeurs avoisinant 1,2%. Cet accroissement révèle que les effets de la nouvelle microfissuration formée sous gonflement sont globalement prépondérants par rapport à ceux résultant du remplissage des vides par précipitation d'ettringite. On observe également une corrélation dans les évolutions de la perméabilité et de la porosité de ces matériaux. En effet, pour le béton Im, on note lors de la quatrième échéance une diminution de la porosité et de la perméabilité, suivie d'une augmentation de ces deux propriétés de transfert.



**Figure III.18 : effet de l'expansion sur la porosité accessible à l'eau – cas des bétons HR100 et Im**

En comparant ces résultats avec ceux rapportés par l'évolution de la porosité du B11 (section II.4.4.3.1), ces observations montrent que la porosité du béton atteint de RSI est fortement influencée par des niveaux d'expansion importants. En effet, la porosité du B11 était inchangée à un niveau d'expansion d'environ 0,3%, suite à un équilibre établi entre le remplissage des vides par l'ettringite et la création des nouvelles fissures.

D'autre part, la porosité des bétons HR91-Im, HR94, HR96 et HR98, non atteints de RSI (avant l'immersion de HR91-Im dans l'eau), a été inchangée après 245 jours d'exposition (Figure III.19). En effet, les valeurs des porosités mesurées sont très proches et évoluent peu au cours du temps. De plus, comme nous l'avons vu précédemment, la perméabilité de ces

bétons a été également inchangée. Aucune modification de la microstructure de ces matériaux n'est ainsi mise en évidence au cours du temps.

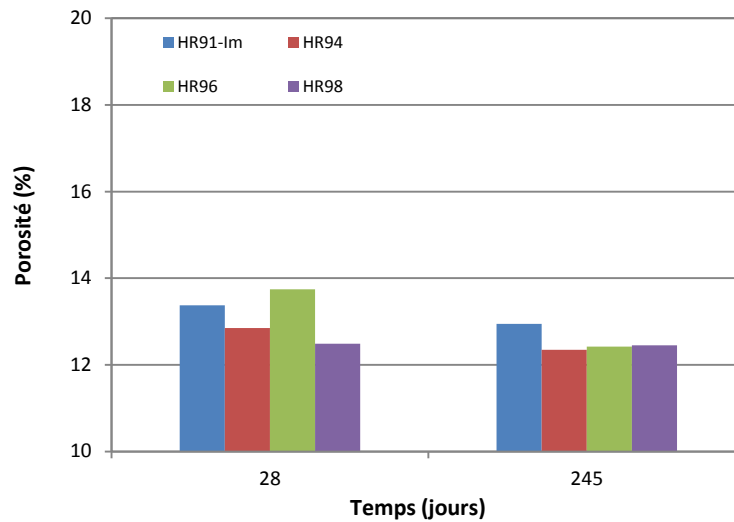
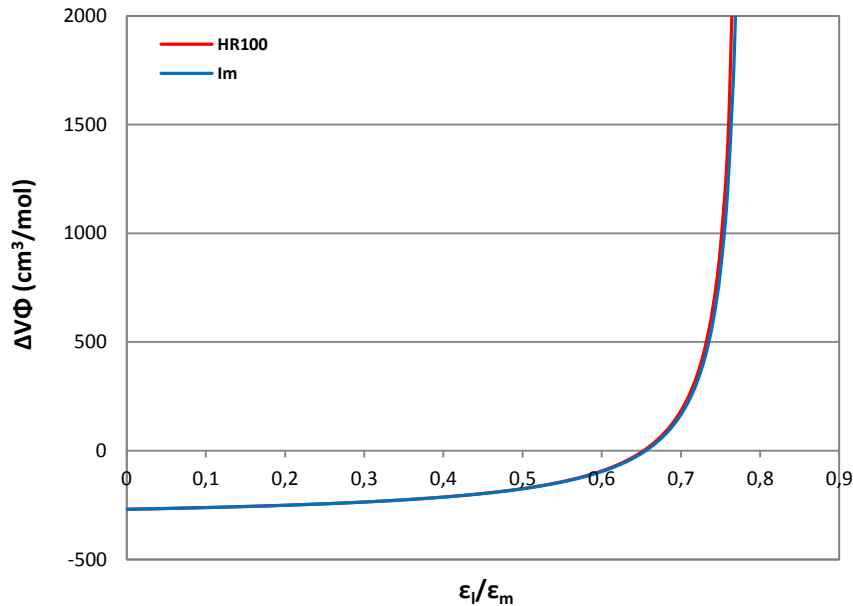


Figure III.19 : porosité des bétons HR91-Im, HR94, HR96 et HR98

### III.3.6. Etude du couplage expansion-variation de masse

En se basant sur les interprétations menées dans la section II.4.5, la Figure III.20 représente l'évolution de la variation du volume des pores  $\Delta V_{\phi}$  en fonction du régime d'expansion  $\varepsilon_l/\varepsilon_m$  pour les bétons Im et HR100 atteints de RSI.





**Figure III.20 : évolution du volume des vides en fonction du régime d'expansion  $\epsilon_l/\epsilon_m$  pour les bétons Im et HR100**

L'étude de l'évolution de ces fonctions montre que le régime d'expansion  $\epsilon_l/\epsilon_m$  vaut environ 0,65 lorsque la variation du volume des pores est nulle ( $\Delta V_{\Phi} = 0$ ). L'évolution des variations dimensionnelles de ces bétons en fonction des variations massiques est montrée dans la Figure III.21. On note, comme évoqué précédemment, l'existence d'une relation affine entre déformations et prises de masse, traduisant ainsi des comportements hydriques similaires. Ceci est confirmé par la réalisation de la régression linéaire sur la période d'expansion maximale de ces données (partie linéaire de la courbe) qui aboutit à une pente identique pour ces matériaux, estimée à environ 0,62 (Tableau III.7). Cette valeur révèle une variation négative du volume des vides. Ces résultats sont en contradiction avec ceux rapportés par les suivis de l'évolution de la porosité de ces bétons qui montrent une augmentation significative de celle-ci avec l'expansion.

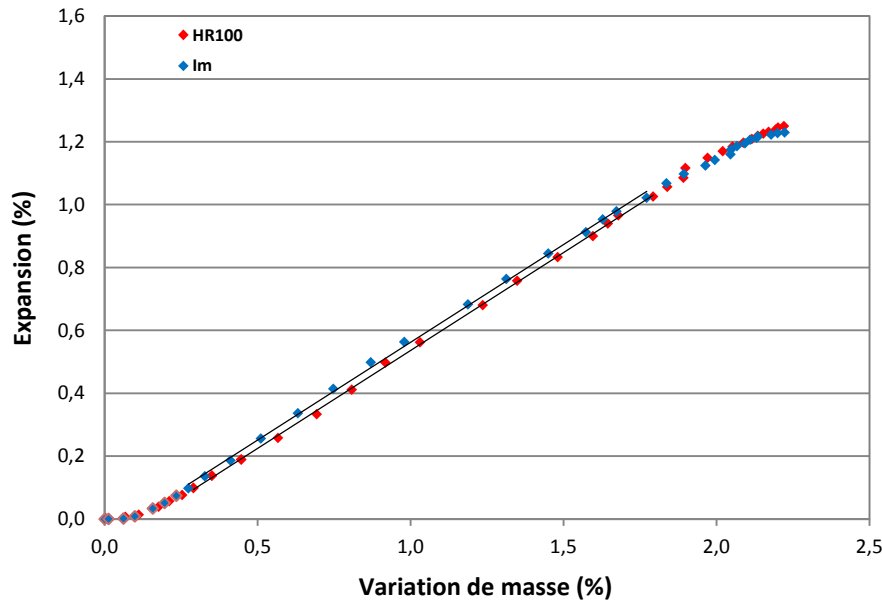


Figure III.21 : évolution des expansions en fonction des prises de masse pour les bétons Im et HR100

	<i>Pente</i>	<i>Ordonnée à l'origine</i>	<i>Coefficient de corrélation</i>
<i>HR100</i>	0,622	-0,086	0,999
<i>Im</i>	0,621	-0,059	0,999

Tableau III.7 : régression linéaire entre expansion et prise de masse pour les bétons Im et HR100

Cependant, la valeur de la pente de régression de ces courbes est proche de celle qui annule  $\Delta V_{\phi}$ . Il est à noter que les très fortes variations du terme calculé  $\Delta V_{\phi}$  pour des très faibles variations de la pente déformation-prise de masse autour de  $\Delta V_{\phi} = 0$ , donnent une très grande importance à la précision de la détermination de la pente. Ainsi, une erreur mineure dans la détermination de la pente peut aboutir à des erreurs majeures dans la détermination de la variation de volume des vides. La Figure III.22 illustre la variation des valeurs des pentes de régression linéaire des bétons Im et HR100 en fonction de la gamme d'expansion choisie pour l'estimation de celles-ci. On peut constater que, selon la gamme d'expansion choisie entre 0,1% et un second taux d'expansion allant jusqu'à 1%, la pente de régression pour le béton Im peut varier entre 0,62 qui implique une variation négative du volume des pores, et 0,67 qui implique une valeur positive de  $\Delta V_{\phi}$ .

Sur la base de ces résultats et de ceux rapportés par l'étude menée sur le béton B11 dans le second chapitre, les mécanismes de gonflement semblent relativement difficiles à relier aux gains de masse. Des études plus approfondies sur le couplage expansion-prise de masse devront être envisagées afin d'apporter des éléments de compréhension complémentaires.

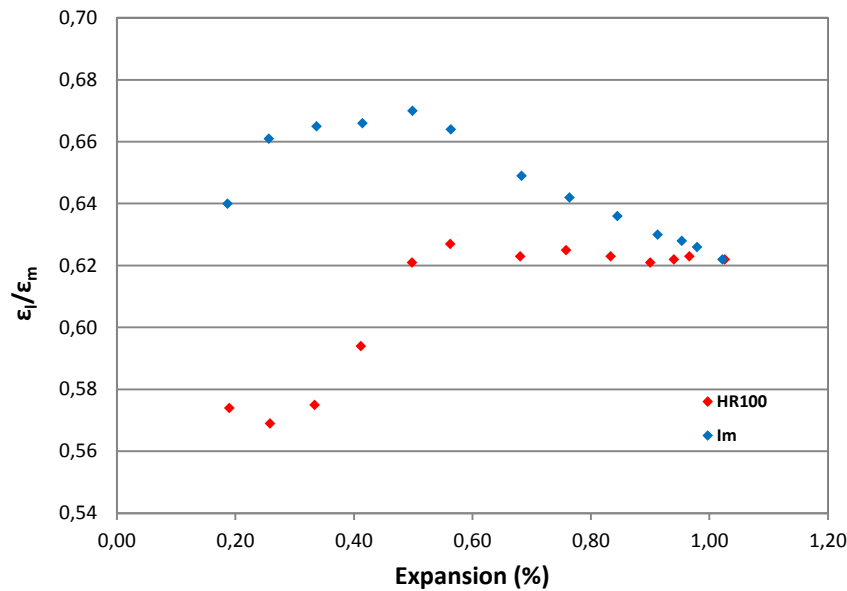


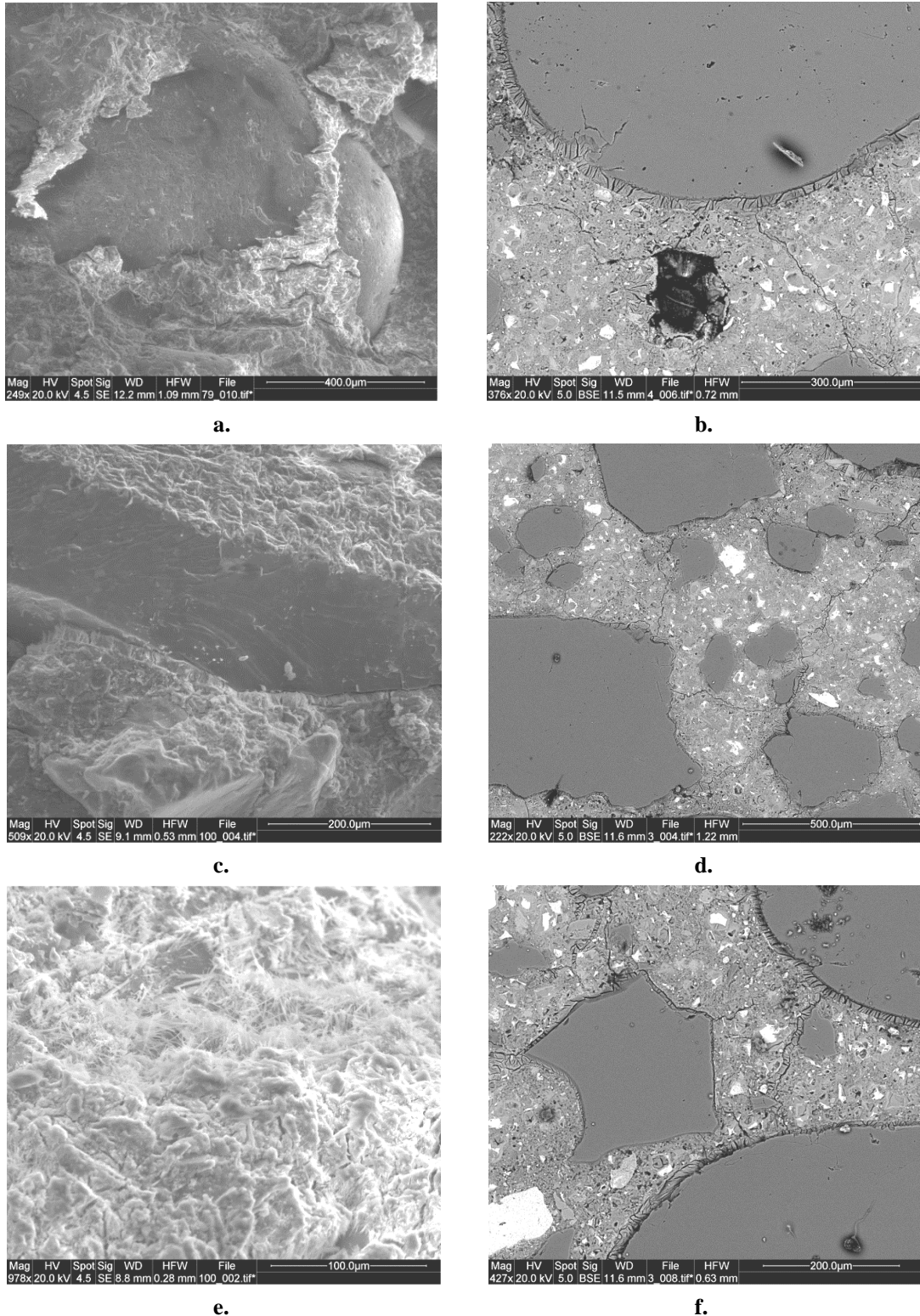
Figure III.22 : variation avec le taux d'expansion des pentes de régression linéaire entre expansion et prise de masse pour les bétons Im et HR100

### III.3.7. Apport des observations microscopiques

Afin d'identifier l'origine des gonflements et d'apporter des informations sur la répartition des phases au niveau de la microstructure du béton, des observations microscopiques au MEB ont été réalisées sur des échantillons de bétons Im, HR100, HR94, HR96 et HR98.

La Figure III.23 est caractéristique des observations réalisées à l'âge de 460 jours sur fractures fraîches et surfaces polies des bétons Im et HR100 dont l'expansion était de 1,24%. Les symptômes caractéristiques de la formation différée d'ettringite ont été facilement identifiables dans ces matériaux. En effet, les examens mettent en évidence une omniprésence de l'ettringite qui recouvre la totalité de l'échantillon. On note une forte teneur en ettringite qui se précipite massivement le plus souvent aux interfaces pâte-granulats (Figure III.23-a, b, c, d et f), mais également dans les fissures développées dans la pâte de ciment (Figure III.23-b, d et f) et parfois dans les vacuoles (Figure III.23-b). L'ettringite présente au sein des interfaces et dans les fissures occupe toujours la totalité de l'espace disponible. Nous n'avons détecté que rarement des fissures vides. Ceci pourrait signifier que c'est la formation de l'ettringite qui provoque l'ouverture de la fissure. D'une manière générale, l'ettringite forme des bandes qui contournent les granulats et traversent la pâte sous forme de veines pour atteindre un granulat situé à proximité (Figure III.23-f).

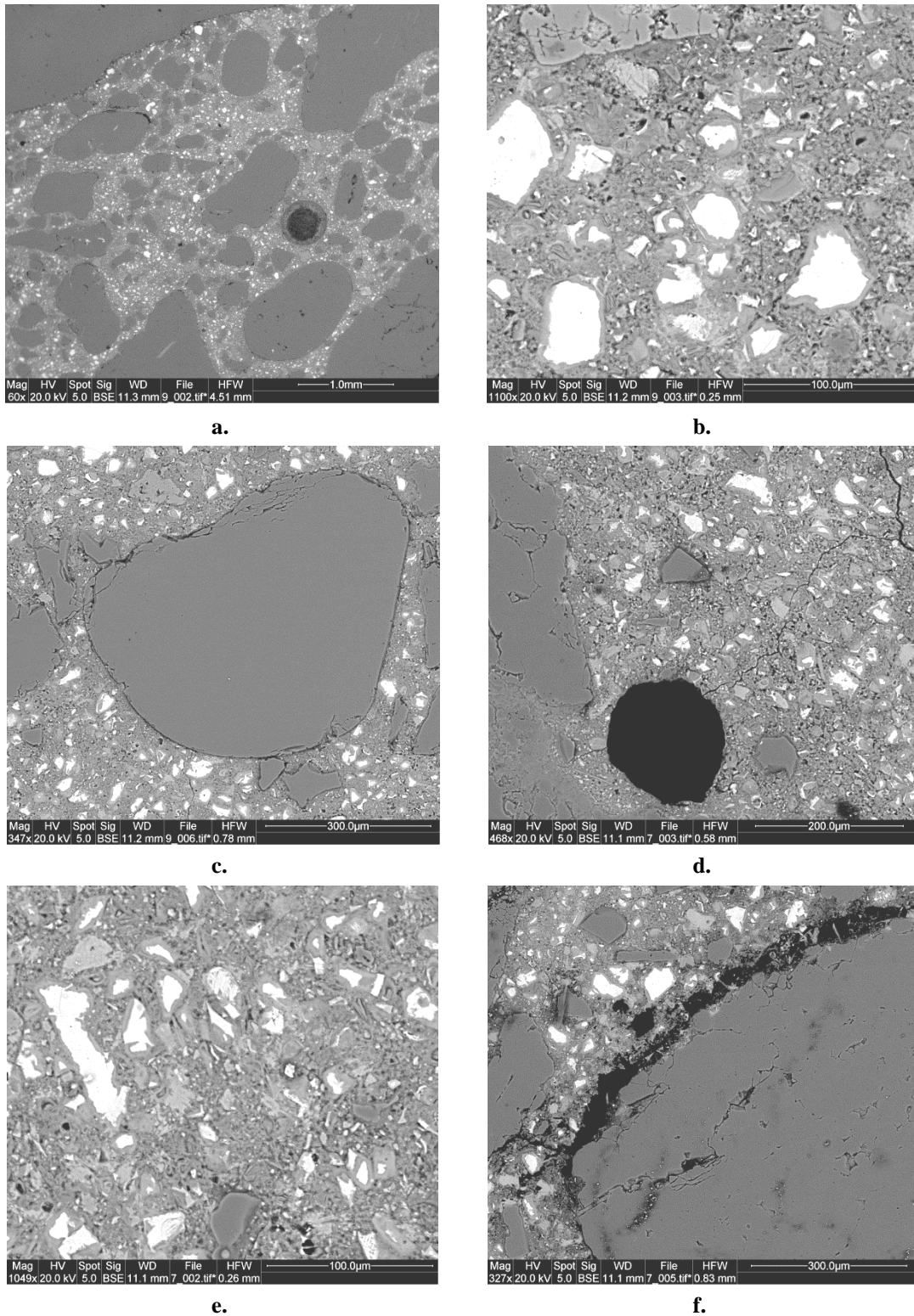
D'autre part, les images regroupées dans la Figure III.24 et la Figure III.25 sont issues des examens réalisés à l'âge de 400 jours sur des surfaces polies d'échantillons de bétons HR94 et HR96 dont l'expansion était de 0,01%, et HR98 dont l'expansion était de 0,02%. Ces observations révèlent la quasi-absence d'ettringite et confirment que ces matériaux sont sains. Très peu de traces d'ettringite sous formes de nodules ont été détectées dans la matrice cimentaire (Figure III.24-b et e, Figure III.25-b et c) et ne semblent pas symptomatiques de gonflements de RSI. Toutefois, l'apparition de cette ettringite pourrait être à l'origine de la faible expansion observée dans ces bétons. D'une manière générale, ces matériaux sont compacts et les interfaces pâte-granulats sont cohésives (Figure III.24-a et Figure III.25-a). La pâte de ciment semble saine et microporeuse, et des quantités importantes de phases anhydres sont observées (Figure III.24-b et e, Figure III.25-b). Cependant, on note parfois la présence de zones de décohéation au sein des interfaces pâte-granulats mais de manière ponctuelle et sans présence d'ettringite (Figure III.24-c et f, Figure III.25-d).



**Figure III.23 : images par microscopie électronique à balayage des bétons Im et HR100 à 460 jours  
a), c) et e) : fractures fraîches ; b), d) et f) : surfaces polies**

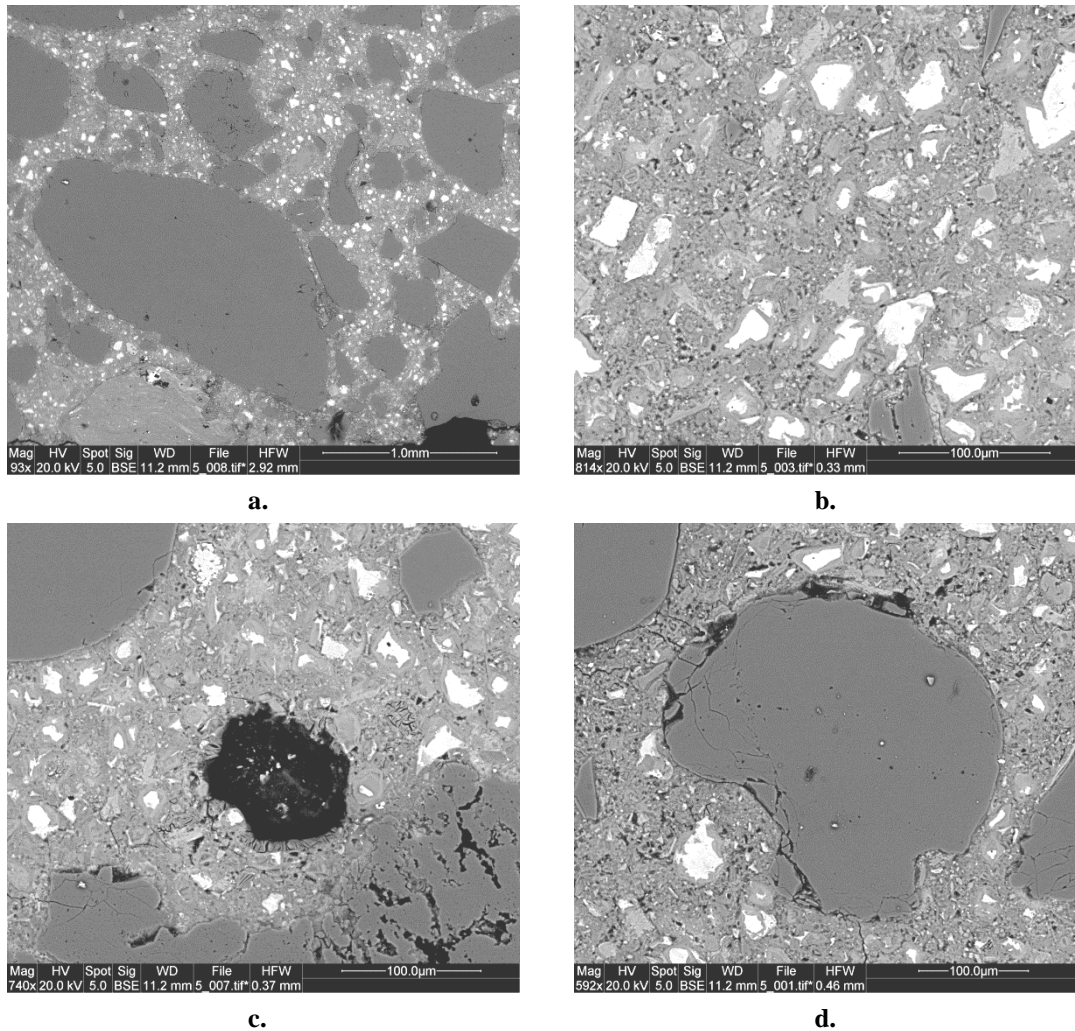
- a) ettringite massive à la surface d'un granulat, partiellement décollée (Im)
- c) couche d'ettringite entre le granulat et la pâte de ciment (Im)
- e) omniprésence de l'ettringite (HR100)

- b) présence d'ettringite à l'interface pâte-granulat, dans les fissures et au sein d'une vacuole (Im)
- d) propagation de l'ettringite dans les fissures qu'elle a créées (HR100)
- f) connexion entre deux interfaces par une veine d'ettringite (HR100)



**Figure III.24 : images par microscopie électronique à balayage de surfaces polies des bétons HR94 et HR96 à 400 jours**

- |   |  |
|---|--|
| <p>a) aperçu général : matériau compact et interfaces pâte-granulats cohésives (HR94)</p> <p>c) interface pâte-granulat décohésive sans présence d'ettringite (HR94)</p> <p>e) présence de phases anhydres, de nodules d'ettringite et de microporosité dans la pâte de ciment (HR96)</p> | <p>b) présence de phases anhydres et de nodules d'ettringite dans la matrice cimentaire (HR94)</p> <p>d) vacuole et fissures vides, pâte de ciment microporeuse (HR96)</p> <p>f) forte zone de décohésion (HR96)</p> |
|---|--|



**Figure III.25 : images par microscopie électronique à balayage de surfaces polies du béton HR98 à 400 jours**

- |  |   |
|--|---|
| <p>a) aperçu général : matériau compact et interfaces pâte-granulats cohésives</p> <p>c) légère présence d'ettringite dans une vacuole et sous forme de nodules dans la matrice cimentaire</p> | <p>b) présence de phases anhydres, de nodules d'ettringite et de microporosité dans la pâte de ciment</p> <p>d) interface pâte-granulat légèrement décohésive, pas de présence d'ettringite</p> |
|--|---|

Le mécanisme de la formation différée de l'ettringite dans le béton a fait l'objet de plusieurs études. Comme évoqué dans le premier chapitre, il existe deux théories qui se distinguent par la localisation de l'ettringite ayant joué un rôle actif dans le processus de gonflement :

- la théorie de l'expansion uniforme de la pâte de ciment qui propose un mécanisme basé sur le gonflement homogène de la pâte et qui suppose que l'ettringite observée aux interfaces pâte-granulats ne serait pas responsable du gonflement,
- la théorie de la pression cristalline qui suppose que c'est l'ettringite précipitée aux interfaces qui est responsable du gonflement.

Dans ses travaux, [Brunetaud, 2005] propose un mécanisme de dégradation en conciliant ces deux théories de la manière suivante : les expansions significatives sont dues à la pression cristalline de l'ettringite localisée aux interfaces pâte-granulats, elle-même étant la conséquence d'une expansion uniforme préalable de la pâte de ciment. En effet, il suppose que durant la phase latente de gonflement (phase de gonflement très lent), les mécanismes qui régissent les expansions sont identiques à ceux proposés par la théorie de l'expansion uniforme de la pâte de ciment. Cette expansion homogène de la pâte va provoquer l'apparition de vides autour des inclusions, et la fissuration des interfaces pâte-granulats va marquer la fin de cette phase. Ensuite, durant la phase d'accélération des dégradations, les interfaces s'ouvrent et commencent à se remplir de cristaux d'ettringite. L'auteur conclut que l'ettringite qui se développe aux interfaces pâte-granulats est la source de l'accélération des dégradations et donc de l'endommagement du béton.

Même s'il est difficile d'établir un mécanisme réactionnel à partir de nos examens microscopiques seuls, les états microscopiques de nos bétons atteint ou non de RSI semblent globalement cohérents avec les hypothèses de la théorie de Brunetaud. En effet, au cours de nos observations, les traces d'ettringite détectées dans les bétons ne développant aucun gonflement important (HR94, HR96 et HR98), étaient uniquement localisées dans la pâte de ciment et aucune trace d'ettringite n'a été observée au sein des interfaces pâte-granulats. L'ettringite a ainsi commencé à se former dans la pâte. De plus, la faible expansion due à cette formation d'ettringite pourrait être à l'origine de quelques zones de décohésion qu'on a observées autour des granulats. L'absence de précipitation d'ettringite dans ces zones pourrait expliquer l'absence de l'accélération du gonflement. Ces observations sont donc en accord avec les interprétations menées par Brunetaud sur la phase latente. D'autre part, les examens réalisés sur les bétons Im et HR100 (dont l'expansion dépasse 1,24%) montrent que l'ettringite est massivement présente aux interfaces pâte-granulats et dans la pâte de ciment. Ceci semble également conforme avec les observations de Brunetaud durant la fin de la phase d'accélération. C'est la formation d'ettringite localisée autour des inclusions qui a probablement constitué le facteur déclenchant de l'accélération des expansions.

Nos observations ne semblent donc pas en contradiction avec les hypothèses que Brunetaud a formulées dans le cadre du mécanisme de gonflement par RSI. Des observations microscopiques supplémentaires sur les matériaux qui ne présentent à ce jour aucune accélération importante de gonflement (HR94, HR96, HR98) permettront de disposer des éléments complémentaires pour appuyer ou non ces conclusions.



### III.4. Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif d'étudier l'impact de l'hygrométrie du béton sur le développement de la RSI. Pour cela, nous avons réalisé des essais sur des éprouvettes de béton conservées dans des conditions d'humidité relative différentes.

Nous avons confirmé que l'humidité relative joue d'une manière significative sur le déclenchement de la pathologie. En effet, nous avons noté un développement de gonflements très importants dans des éprouvettes immergées dans l'eau ou conservées en hygrométrie saturée, alors que des éprouvettes maintenues dans une humidité relative inférieure ou égale à 98% ne présentent aucune expansion importante après 470 jours d'exposition. Cependant, les gonflements pourraient être seulement retardés. En effet, la lixiviation des alcalins est nettement plus importante en eau et en atmosphère saturé que sous une HR de 98%. L'influence de l'eau est expliquée par son rôle, d'une part de réactif nécessaire à la formation d'ettringite et, d'autre part de moyen de transport des espèces ioniques vers les sites de cristallisation de l'ettringite. Mais l'eau intervient aussi dans le processus de la lixiviation des alcalins qui joue sur la solubilité et la précipitation de l'ettringite. Ce constat n'est pas en accord avec des études antérieures qui établissent des gonflements à partir d'une humidité relative de 92% [Graf, 2007]. Nous avons également vérifié la possibilité de gonflement lors d'une humidification tardive. En effet, l'exposition d'un matériau à une humidité relative insuffisante pour déclencher la RSI ne conduit pas à une suppression définitive du potentiel de gonflement, puisque lors d'une exposition ultérieure dans l'eau, le matériau développe une expansion.

L'analyse des suivis dimensionnels en fonction des suivis massiques n'a pas montré des comportements hydriques similaires pour tous les matériaux. Cette différence montre que le comportement des matériaux est une conséquence aussi bien des effets mécaniques que des effets chimiques.

Nos essais ont également permis d'établir le rôle joué par la RSI sur les propriétés de transfert du béton. Il s'agit d'une augmentation très importante de la perméabilité et de la porosité, se traduisant notamment par un élargissement des pores. L'expansion par RSI modifie donc d'une manière importante la microstructure des matériaux.

A l'issue des observations microscopiques, nous avons pu vérifier que les gonflements observés étaient associés à la formation d'ettringite d'aspect massif dans le béton. Les matériaux atteints de RSI montrent une omniprésence de l'ettringite qui a recouvert la totalité

de l'échantillon. Celle-ci est localisée le plus souvent aux interfaces pâte-granulats, mais également dans les vacuoles et dans les fissures développées dans la pâte de ciment.

Finalement, même si les résultats présentés dans cette étude ont permis d'apporter des connaissances sur le couplage entre le développement de la RSI et l'état hydrique du béton, une finalisation de ce programme expérimental devra être envisagé afin d'apporter des informations sur les tendances des comportements des bétons, en fonction de leur état hydrique, vis-à-vis de la RSI. De plus, il pourrait se révéler intéressant d'envisager des essais complémentaires afin d'apporter des informations sur l'humidité relative réelle dans les éprouvettes de béton, et sur l'impact d'un gradient d'humidité comme cela peut être le cas des structures. Enfin, cette étude n'a porté que sur une seule formule de béton. Il paraît donc intéressant d'envisager des études similaires sur différents types de béton.

# Chapitre IV.

## Etude de l'impact du squelette granulaire sur le phénomène de gonflement par RSI

<b>IV.1. Introduction</b> .....	<b>- 165 -</b>
<b>IV.2. Programme expérimental : définition, mise au point et fabrication</b> .....	<b>- 166 -</b>
IV.2.1. Matériaux étudiés.....	- 166 -
IV.2.2. Fabrication et échauffement.....	- 168 -
IV.2.3. Conservation et suivi des corps d'épreuve.....	- 168 -
<b>IV.3. Etude des comportements des matériaux</b> .....	<b>- 169 -</b>
IV.3.1. Comparaison des évolutions des courbes d'expansion .....	- 169 -
IV.3.2. Discussion sur la nature des inclusions .....	- 171 -
IV.3.3. Discussion sur l'influence de la granulométrie .....	- 172 -
IV.3.3.1. Comparaison des porosités.....	- 173 -
IV.3.3.2. Comparaison des expansions en fonction des surfaces d'échange .....	- 174 -
IV.3.3.3. Concentrations des contraintes autour d'un granulat .....	- 174 -
IV.3.3.4. Influence des inclusions granulaires sur la résistance en compression .....	- 176 -
IV.3.3.5. Discussion sur l'effet de la taille des granulats .....	- 177 -
IV.3.3.6. Discussion sur l'effet de la fraction volumique des granulats .....	- 178 -
IV.3.4. Variations massiques et comportements hydriques.....	- 180 -
IV.3.5. Caractérisation microscopique .....	- 182 -
IV.3.6. Evolutions des modules dynamiques .....	- 187 -
<b>IV.4. Analyse quantitative de la fissuration des matériaux</b> .....	<b>- 188 -</b>
IV.4.1. Méthode des sécantes orientées .....	- 189 -
IV.4.2. Préparation de l'échantillon .....	- 190 -
IV.4.3. Analyse d'images et calcul des paramètres de fissuration .....	- 191 -
IV.4.4. Comparaison des paramètres de fissuration .....	- 192 -
<b>IV.5. Modélisation numérique des gonflements par RSI</b> .....	<b>- 194 -</b>
IV.5.1. Méso-modèle mécanique .....	- 195 -
IV.5.2. Réponse macroscopique.....	- 197 -
<b>IV.6. Conclusion</b> .....	<b>- 200 -</b>



## IV.1. Introduction

La synthèse bibliographique a montré que les caractéristiques des granulats présents dans les matériaux cimentaires, notamment leur nature et leur taille, présentent une influence significative sur les gonflements par RSI. Selon certains auteurs, l'utilisation de granulats calcaires diminue considérablement les cinétiques de gonflement par rapport à l'utilisation de granulats siliceux [Grattan-Bellew et al., 1998 ; Brunetaud, 2005]. Pour [Famy et Taylor, 2001], la nature des granulats utilisés dans un matériau cimentaire influe sur sa capacité à résister aux sollicitations imposées par les gonflements. [Grabowski et al., 1992] mettent en évidence l'importance de l'interface pâte-granat en démontrant que certains bétons gonflent plus que les pâtes de ciment associées. Néanmoins, [Yang et al., 1996] notent que la présence de granulats n'est pas indispensable aux gonflements du fait de l'expansion de certaines pâtes de ciment traitées thermiquement.

La granulométrie des inclusions granulaires semble également jouer un rôle important sur le développement du gonflement. [Fu et al., 1997] montrent que l'expansion est d'autant plus importante que la taille des granulats est petite. [Grattan-Bellew et al., 1998] observent que la vitesse de gonflement des mortiers est inversement proportionnelle à la taille moyenne des granulats. Au contraire, [Heinz et al., 1999] mettent en évidence la diminution du temps de latence avec l'augmentation de la taille de granulats.

L'analyse de ces études montre que le rôle joué par les granulats n'est pas encore parfaitement identifié. C'est pourquoi ce présent chapitre vise à apporter des éléments d'informations complémentaires sur l'impact du squelette granulaire sur le gonflement par RSI. Nous nous intéressons notamment à l'effet du diamètre des inclusions et de la surface de contact entre la pâte de ciment et les inclusions. Cette étude comporte, en plus d'une caractérisation qualitative de la microstructure des matériaux, une approche de quantification des paramètres du réseau de fissures lors du gonflement. De plus, nous présenterons une application, sur nos matériaux, d'une modélisation numérique du gonflement développée par l'équipe du LMT-Cachan.

Il est à noter que l'influence de la granulométrie des granulats sur la réaction alcali-silice a été étudiée dans les travaux de [Poyet et al., 2007], qui proposent un modèle dans le but de prédire un gonflement induit par la réaction et de décrire l'évolution chimique des bétons affectés. Il permet notamment de tenir compte de l'influence de la présence simultanée de granulats réactifs de différentes tailles dans le béton. L'étude expérimentale montre que l'utilisation de particules fines (de diamètre compris entre 0,08 et 0,16 mm) conduit à une suppression de gonflements. Il est intéressant de signaler que les granulats sont réactifs dans

le cas d'une réaction alcali-silice (apport de la silice dans la réaction), alors qu'ils sont inertes dans le cas de la RSI.

## **IV.2. Programme expérimental : définition, mise au point et fabrication**

### **IV.2.1. Matériaux étudiés**

Dans le but d'apporter une bonne compréhension sur le rôle joué par les inclusions granulaires dans le mécanisme de dégradation par RSI, il s'agit dans cette étude de formuler des matériaux modèles constitués d'un mélange de pâte de ciment, à base de ciment CEM I 52,5 N (ciment décrit dans la section III.2.1) et d'inclusions de granulométries connues représentant le squelette granulaire. Dans un premier temps, nous avons opté pour une fabrication de matériaux dont les inclusions sont des billes sphériques de diamètres connus. Pour cela, des formulations avec des billes de verre et ensuite des billes d'acier ont été retenues. Mais des tests d'évaluation du risque de gonflement par alcali-réaction ont montré que les mélanges pâte-billes de verre sont alcali-réactifs. Par ailleurs, la densité de l'acier étant nettement plus importante que celle de la matrice cimentaire, des tests de faisabilité sur des formules dont le squelette granulaire est constitué de billes d'acier ont montré qu'il est difficile de formuler une pâte de ciment suffisamment consistante pour empêcher la ségrégation des billes. En effet, celles-ci sont réparties d'une manière non homogène dans le matériau, puisqu'une concentration de billes est constatée en partie inférieure des éprouvettes. Par ailleurs, les tests de sciage des éprouvettes contenant des billes d'acier ont entraînés un décollement des billes, rendant difficile la quantification envisagée du réseau de fissures.

Ainsi, il a été décidé de fabriquer des matériaux dont les inclusions granulaires sont naturelles de type calcaire. Nous avons retenu 4 tailles d'inclusions différentes de diamètres moyens de 20  $\mu\text{m}$ , 45  $\mu\text{m}$ , 510  $\mu\text{m}$  et 2800  $\mu\text{m}$ . Chaque taille présente une étendue granulaire très restreinte. De plus, 3 taux de substitution de la pâte par les inclusions (30%, 40% et 50%) ont été étudiés. Le programme expérimental repose ainsi sur 12 formulations différentes. Ceci permet d'apporter des éléments de réponse sur l'impact du diamètre des inclusions ainsi que l'impact de la surface d'échange entre la pâte de ciment et les inclusions. Les inclusions se différencient par leurs granulométries tout en ayant une composition chimique identique. La composition chimique ainsi que les distributions granulaires sont données en annexe. Il est important de signaler que la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ), dont se composent ces granulats, n'est pas un

composé complètement inerte. En effet, les ions carbonates libérés par sa dissolution en milieu basique pourraient se trouver en compétition avec les ions sulfates lors des processus réactionnels qui interviennent dans l'hydratation de l'aluminate tricalcique.

La formulation de nos mortiers à partir de tels matériaux nécessite de connaître les coefficients d'absorption d'eau des inclusions. Celles de diamètres moyens de 510  $\mu\text{m}$  et de 2800  $\mu\text{m}$  possèdent un faible coefficient estimé à 0,4% (valeur donnée par le fournisseur des inclusions). Par contre, les coefficients d'absorption d'eau des additions de diamètre de 20  $\mu\text{m}$  et de 45  $\mu\text{m}$  sont inconnus du fait de leurs très faibles granulométries, et qu'un état saturé avec une surface sèche pour ces additions est difficile à atteindre. Par conséquent, une étude préalable a été réalisée dans le but de déterminer le dosage minimal en eau nécessaire pour obtenir un matériau fluide. Plusieurs mélanges « pâte de ciment + inclusions » ont été testés, et les formulations retenues ont été choisies de façon que les slumps des matériaux soient comparables (on visait un slump entre 7 et 10 cm au mini cône). Ces formulations sont rapportées dans le Tableau IV.1, et sont référencées suivant une nomenclature de type  $dxy$  ( $d$  = diamètre et  $p$  = pourcentage), où  $x$  représente la valeur du diamètre moyen des inclusions en  $\mu\text{m}$  et  $y$  représente la valeur de leur pourcentage volumique dans le matériau. À titre d'exemple,  $d20p30$  représente une formulation résultant d'un mélange de 70% de pâte de ciment et 30% d'additions de diamètre moyen de 20  $\mu\text{m}$ . Toutefois, il est à noter que le rapport  $E_{\text{eff}}/C$  ( $E_{\text{eff}}$  est l'eau qui sert à hydrater le ciment) pour les matériaux formulés avec les additions de diamètres de 20  $\mu\text{m}$  et de 45  $\mu\text{m}$  et ainsi le pourcentage volumique des inclusions, restent tout de même approximatifs, compte tenu de l'incertitude sur l'eau efficace.

<i>Référence</i>	<i>Ciment (g)</i>	<i>Inclusions (g)</i>	<i>Eau totale (g)</i>	<i>Eau absorbée par les inclusions (g)</i>	<i><math>E_{\text{eff}}/C</math></i>
<i>d20p30</i>	19319	16200	12426	4698	0,40
<i>d20p40</i>	16114	21600	13032	6264	0,42
<i>d20p50</i>	12908	27000	13639	7830	0,45
<i>d45p30</i>	20750	16200	10827	3564	0,35
<i>d45p40</i>	17786	21600	10977	4752	0,35
<i>d45p50</i>	13799	27000	11460	5940	0,40
<i>d510p30</i>	20218	16200	7582	65	0,37
<i>d510p40</i>	16726	21600	6691	86	0,39
<i>d510p50</i>	10900	27000	6540	108	0,59
<i>d2800p30</i>	20218	16200	7582	65	0,37
<i>d2800p40</i>	16726	21600	6691	86	0,39
<i>d2800p50</i>	13030	27000	5863	108	0,44

**Tableau IV.1 : formulations des matériaux (dosages pour un volume de 20 litres)**

### **IV.2.2. Fabrication et échauffement**

Les corps d'épreuve préparés correspondent à des éprouvettes cylindriques de diamètre 11 cm et de hauteur 22 cm. Durant la mise en œuvre, les matériaux sont vibrés en tapant à l'aide d'une barre sur la périphérique des moules.

Après coulage, les matériaux ont subi une cure thermique identique à celle appliquée dans le chapitre précédent. Il s'agit d'un traitement qui dure 7 jours et qui comporte les phases suivantes (Figure III.1) :

- Phase de préprise durant laquelle la température est maintenue constante à 20°C pendant 2 heures ;
- Phase de chauffe qui consiste en une montée de température de 20°C à 80°C durant 22 heures ;
- Phase isotherme durant laquelle la température est maintenue constante à 80°C durant 72 heures ;
- Phase de refroidissement qui consiste en une descente de température à une vitesse voisine de -1°C/h jusqu'à une température de 20°C.

### **IV.2.3. Conservation et suivi des corps d'épreuve**

Après traitement thermique, les corps d'épreuve sont immergés dans l'eau dans des bacs munis de couvercles et entreposés dans une salle à 20°C (Figure IV.1). Les éprouvettes d'une même formulation sont conservées dans un bac qui leur est propre afin d'éviter des contaminations qui pourraient provoquer l'apparition de phénomènes parasites. Même si la limitation du volume d'eau nécessaire à l'immersion et de son renouvellement a fait l'objet d'une attention particulière, le volume d'eau est relativement important en comparaison avec celui des matériaux, et une lixiviation importante des alcalins peut survenir. Mais une immersion identique à celle utilisée dans les chapitres précédents (dans une boîte de volume légèrement supérieure à celui de l'éprouvette) était difficile à mettre en œuvre du fait du grand nombre de corps d'épreuve.





**Figure IV.1 : immersion des matériaux dans l'eau**

Durant leur conservation, les éprouvettes sont suivies périodiquement en termes de masse, d'expansion et de module dynamique. Chaque valeur de la grandeur mesurée sur le matériau correspondant est issue de la moyenne des valeurs mesurées sur trois échantillons. Ces mesures sont réalisées en suivant les mêmes méthodes d'essais que celles décrites dans la section II.3.6. De plus, en complément de ces suivis, et afin d'apporter des informations sur la microstructure des matériaux, une caractérisation par microscopie électronique à balayage a été effectuée sur des surfaces polies d'échantillons prélevés par fracture au sein des éprouvettes.

### **IV.3. Etude des comportements des matériaux**

#### **IV.3.1. Comparaison des évolutions des courbes d'expansion**

Les variations dimensionnelles des matériaux sont illustrées dans la Figure IV.2. Les comportements ne sont pas tous stabilisés à ce jour mais sont dans l'ensemble suffisamment avancés pour être interprétés. Les résultats obtenus montrent que le diamètre et le taux de substitution des inclusions granulaires sont d'une grande importance sur la cinétique et l'amplitude du gonflement par RSI. En effet, d'une manière générale, on note l'absence de gonflements significatifs dans les matériaux formulés avec les inclusions de diamètres moyens de 20  $\mu\text{m}$  et de 45  $\mu\text{m}$ , alors que des matériaux formulés avec des inclusions de diamètres moyens de 510  $\mu\text{m}$  et de 2800  $\mu\text{m}$  présentent des expansions relativement importantes. Les gonflements peuvent être classés en trois groupes :

- gonflements négligeables : ces gonflements concernent les matériaux d20p40, d20p50 et d45p50. Les expansions mesurées à ce jour pour ces matériaux sont inférieures à 0,01% et sont attribuables à l'absorption d'eau pendant l'immersion ;

- gonflements lents : ces gonflements sont notés dans les matériaux d20p30, d45p30, d45p40, d510p30, d510p40 et d2800p30. Les expansions pour ces matériaux se révèlent dans un premier temps quasi-linéaires, puis la vitesse du gonflement semble ensuite s'atténuer. L'expansion à ce jour se stabilise et atteint des valeurs comprises entre 0,04% et 0,13% ;
- gonflements rapides : ces gonflements sont observés dans les matériaux d510p50, d2800p40 et d2800p50, et atteignent en fin de suivi des valeurs significatives comprises entre 0,28% et 0,54%. Le maximum d'expansion est observé pour les éprouvettes d2800p50. Les courbes d'expansion des matériaux formulés avec les inclusions de diamètre moyen de 2800  $\mu\text{m}$  présentent une forme sigmoïde avec une nette accélération aux alentours de 100 jours. Par la suite, un ralentissement est observé pour atteindre une cinétique d'expansion stable.

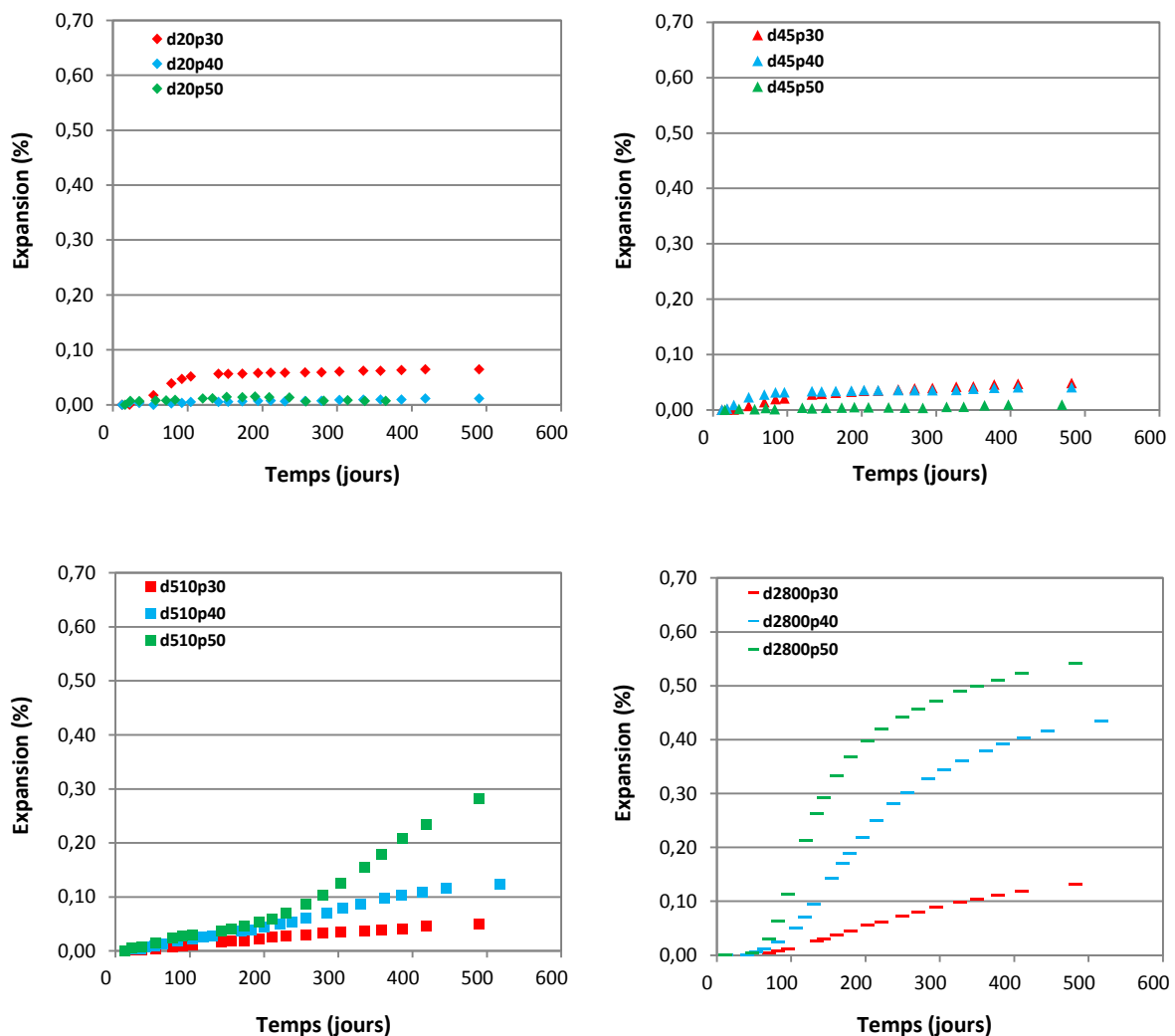


Figure IV.2 : comparaison des évolutions dimensionnelles en fonction des diamètres moyens et des fractions volumiques des inclusions

### IV.3.2. Discussion sur la nature des inclusions

Des études portant sur l'influence de la nature de granulat ont montré que l'utilisation de granulats calcaires permet la suppression de gonflement par RSI [Heinz et al., 1999 ; Yang et al., 1999]. D'autres études montrent que l'utilisation de granulats calcaires diminue considérablement les cinétiques de gonflement par rapport à l'utilisation de granulats siliceux [Grattan-Bellew et al., 1998 ; Lawrence, 1999 ; Brunetaud, 2005]. Les effets réducteurs de granulats calcaires sont souvent attribués à leur meilleure liaison avec la pâte de ciment [Taylor et al, 2001]. Ces meilleures performances sont attribuées au caractère plus anguleux par rapport à des granulats siliceux [Yang et al, 1999].

Au voisinage de l'interface pâte-granulats, les conditions locales de l'hydratation du ciment sont modifiées à cause de la présence d'un excès d'eau dû à l'effet de paroi. Il en résulte une augmentation du volume des pores dans lesquels les hydrates peuvent se développer [Divet, 2001]. La structuration de la pâte de ciment est ainsi modifiée sur quelques dizaines de micromètres. La porosité au voisinage de l'interface demeure plus élevée que celle du cœur de la pâte. De ce fait, l'interface doit donc accélérer les transports des matières de sorte que l'ettringite tardive se forme préférentiellement dans ces zones. En fonction de la nature minéralogique des granulats (calcaire ou siliceux), la microstructure de la zone de transition sera différente. En effet, la dissolution très partielle en milieu alcalin des calcaires augmente la rugosité des surfaces, ce qui favorise l'accrochage mécanique des produits d'hydratation. De plus, il existe des forces de type chimique qui assure une cohésion des hydrates avec les granulats calcaires. Cette liaison chimique se ferait par combinaisons d'ions issus des granulats et d'ions provenant du ciment. La zone de transition serait constituée d'une solution solide de « C-S-H » dopée avec les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{CO}_3^{2-}$  [Ollivier et al., 1982]. Dans ces conditions, l'interface pâte-granulat calcaire est vraisemblablement de meilleure qualité que l'interface pâte-granulat siliceux.

Nos résultats montrent que des expansions significatives peuvent se développer lors de l'utilisation de granulats calcaires et que c'est notamment la taille et le taux volumique de ces granulats qui vont conditionner les gonflements en termes d'occurrence, d'amplitude et de cinétique. Il pourrait se révéler intéressant d'envisager des essais avec des granulats siliceux afin de vérifier si l'effet de la granulométrie sur les gonflements par RSI est identique à celui observé pour les granulats calcaires.

### IV.3.3. Discussion sur l'influence de la granulométrie

La Figure IV.3 regroupe les évolutions des courbes d'expansion des matériaux formulés avec les granulats de diamètres moyens de 510  $\mu\text{m}$  et de 2800  $\mu\text{m}$ . À la vue de ces évolutions, on observe que pour un même taux volumique d'inclusions, les gonflements sont d'autant plus rapides et plus importants que la taille moyenne des granulats est élevée. De plus, pour une même taille d'inclusions, la vitesse et l'amplitude des expansions augmentent avec l'augmentation du taux volumique d'inclusions. L'expansion la plus rapide et la plus importante est ainsi observée dans le matériau d2800p50.

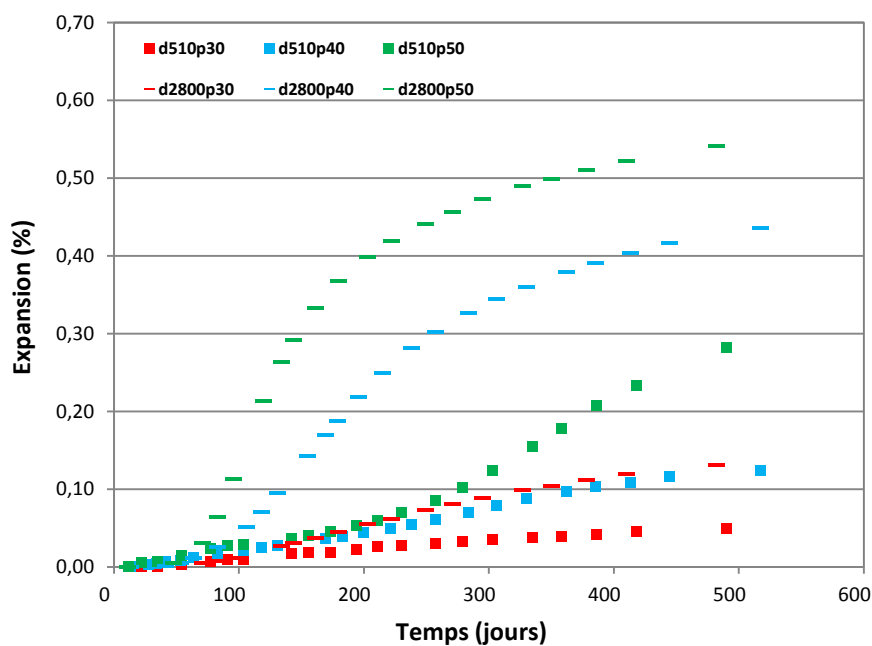


Figure IV.3 : évolutions dimensionnelles – cas des gonflements importants

Plusieurs études ont porté sur le rôle joué par la granulométrie des inclusions sur le gonflement par RSI. [Grattan-Bellew et al., 1998] notent des gonflements de mortiers d'autant plus rapides que la taille moyenne des granulats est petite. Pour leur part, [Fu et al., 1997] mettent en évidence des gonflements plus importants lors de l'utilisation de particules plus fines. Au contraire, [Heinz et al., 1999] observent une diminution du temps de latence avec l'augmentation de la taille des granulats. Leurs travaux semblent indiquer que l'utilisation de granulats très fins peut conduire à la suppression des gonflements. Les auteurs attribuent les effets de la taille des granulats au fait que la distribution granulaire a une influence sur la porosité des matériaux en termes de taille, de distribution et de connexion. Ceci a alors une influence sur les échanges ioniques nécessaires à la rencontre des réactifs d'une part, et sur la possibilité de développer des pressions de cristallisation d'autre part, en permettant la

croissance de l'ettringite dans des espaces confinés. D'après [Heinz et al., 1999], une augmentation de la taille des granulats peut favoriser la connexion de la porosité et ainsi faciliter les échanges ioniques et diminuer les temps de latence. Selon [Fu et al., 1997 ; Grattan-Bellew et al., 1998], la diminution de la taille des pores en utilisant des granulats plus fins (rôle de filler) peut conduire à une augmentation des gonflements en favorisant l'apparition de pressions de cristallisation plus importantes.

#### IV.3.3.1. Comparaison des porosités

Dans le cadre de notre étude, des mesures de porosité accessible à l'eau ont été réalisées aux âges de 28 jours et de 280 jours sur les matériaux formulés avec les granulats de diamètres moyens de 510  $\mu\text{m}$  et de 2800  $\mu\text{m}$ . La Figure IV.4 illustre les valeurs des porosités totales de ces matériaux, ainsi que celles des pâtes de ciment associées (la porosité de la pâte est calculée à partir de son taux volumique dans le matériau et de la porosité totale de celui-ci). Les résultats montrent d'une part que la porosité des matériaux atteints de RSI augmente très légèrement au cours du temps. D'autre part, l'expansion ne semble pas être corrélée à la porosité totale du matériau (et alors à la porosité de la pâte de ciment). En effet, à titre d'exemple, les matériaux d510p40 et d2800p40 possèdent une même valeur de porosité, mais des amplitudes et des vitesses de gonflement nettement différentes. Un même volume de pâte de ciment et une même porosité ne semblent pas avoir forcément les mêmes effets sur l'expansion.

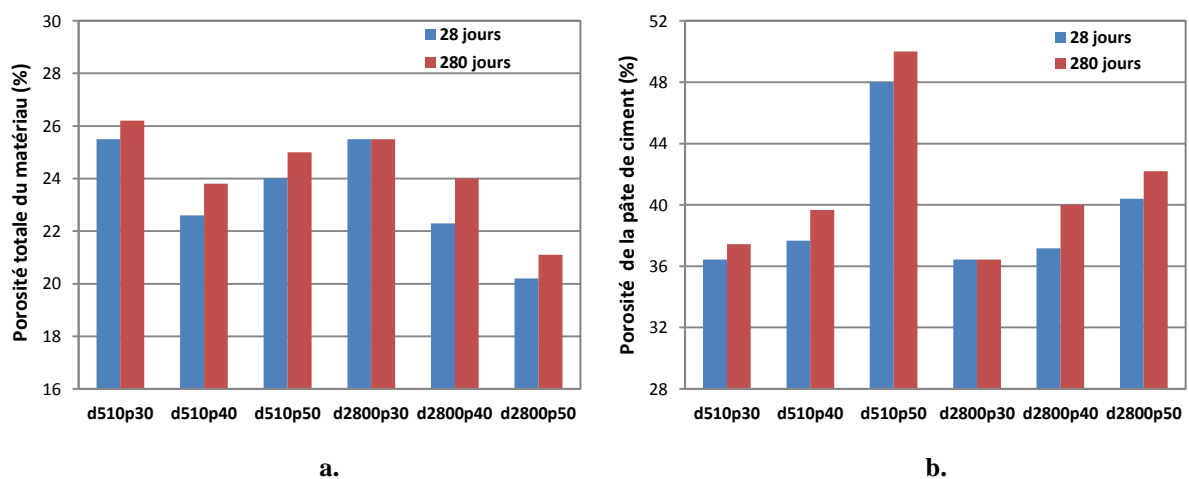


Figure IV.4 : porosités totales des matériaux (a) et des pâtes de ciment associées (b)

### IV.3.3.2. Comparaison des expansions en fonction des surfaces d'échange

La Figure IV.5 permet de constater les valeurs d'expansion à 500 jours en fonction de la surface d'échange pâte-granulats (en supposant que les granulats sont sphériques et tous de même taille) pour les matériaux formulés avec les inclusions de tailles moyennes de 510  $\mu\text{m}$  et de 2800  $\mu\text{m}$ . On peut constater qu'il n'y a pas de corrélation unique entre l'expansion du matériau et la surface d'échange entre la pâte de ciment et les granulats. Cependant, pour une taille de granulat donnée, l'expansion est d'autant plus importante que la surface d'échange est élevée.

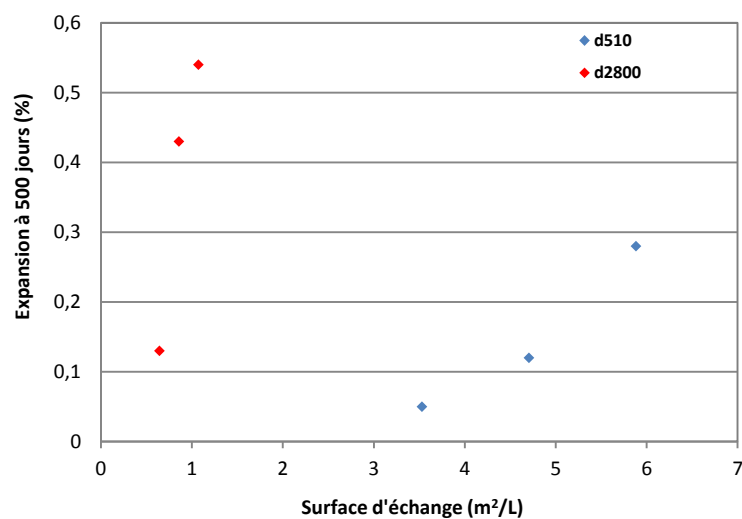


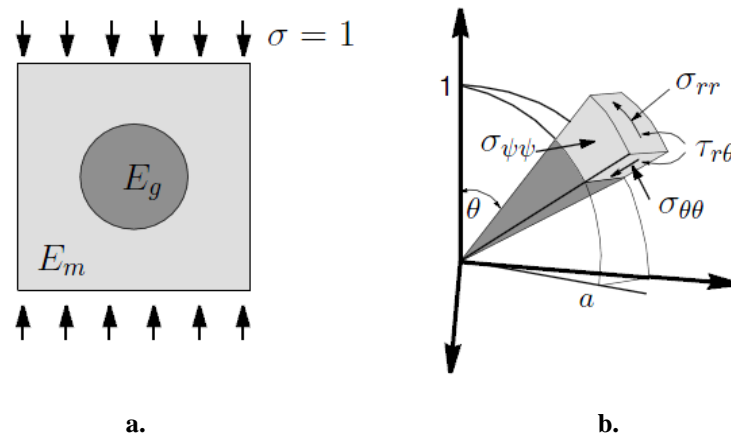
Figure IV.5 : effet de la surface d'échange pâte-granulats sur l'expansion à 500 jours – cas des matériaux formulés avec les inclusions de diamètre 510  $\mu\text{m}$  et 2800  $\mu\text{m}$

### IV.3.3.3. Concentrations des contraintes autour d'un granulat

Dans un matériau cimentaire, la différence de rigidité entre la matrice cimentaire et les granulats génère des concentrations de contraintes aux alentours des interfaces matrice-granulats. Ces concentrations de contraintes se superposent à des contraintes résiduelles (dus généralement à une différence de coefficients de dilatation thermique des deux phases et de déformations de la matrice) et peuvent donc accélérer la rupture des interfaces.

Un résultat analytique dû à Goodier [Goodier, 1933] permet de calculer les concentrations de contraintes autour d'un granulat sphérique noyé dans une matrice infinie et sollicitée par un champ de contraintes uniaxial et uniforme appliqué à l'infini. La Figure IV.6 montre les contraintes radiales et tangentielles, ainsi que les cisaillements pour un angle  $\theta$  au centre du

granulat défini par la direction du chargement et la position de l'élément considéré, et pour une distance  $a$  par rapport au centre du granulat ( $a = r$  pour un élément situé à l'interface ;  $r$  étant le rayon du granulat).



**Figure IV.6 : granulat sphérique noyé dans une matrice infinie soumise à un champ de contraintes uniaxial et uniforme (a), concentrations des contraintes à l'interface matrice-granulat (b)**

Ces analyses montrent que les concentrations de contraintes sont maximales au niveau de l'interface et s'étendent à l'intérieur d'une sphère dont le rayon ne dépasse pas quatre fois celui de granulat. Le diamètre des granulates influence ainsi sur la distance de la zone perturbée : plus le diamètre est grand, plus la zone perturbée est étendue. À titre d'exemple, la Figure IV.7 [Shink, 2003] présente la zone d'influence d'un vide (module élastique nul) pour les directions les plus critiques :  $\theta = 0^\circ$  et  $\theta = 90^\circ$ . Les dimensions des microfissures développées (longueur et ouverture) sont aussi fonction de la taille des granulates [Shink, 2003]. Ceci pourrait donc expliquer une partie du comportement observé.

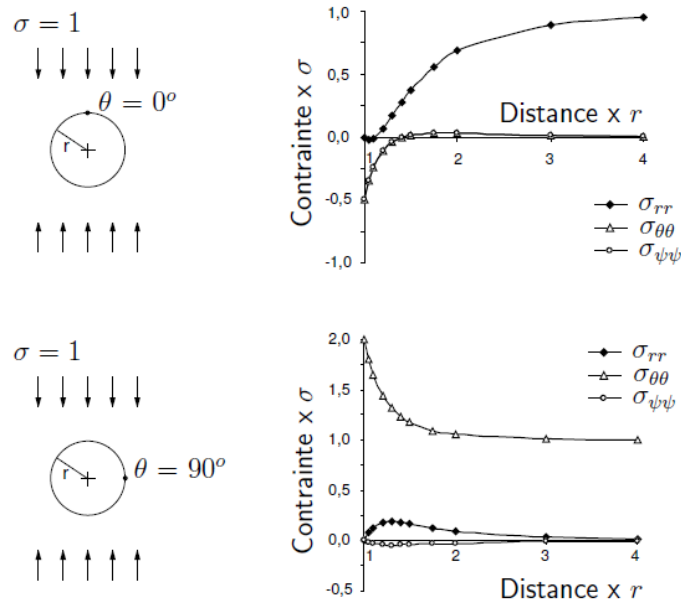


Figure IV.7 : zone d'influence d'un vide (module élastique nul) dans les directions  $\theta = 0^\circ$  et  $\theta = 90^\circ$  pour un champ uniaxial et unitaire [Shink, 2003]

#### IV.3.3.4. Influence des inclusions granulaires sur la résistance en compression

Plusieurs études ont montré que le squelette granulaire joue un rôle important dans les propriétés mécaniques du béton. De Larrard [De Larrard, 2000] propose un modèle pour la résistance en compression du béton en ajustant celui développé par René Féret (1892), en tenant compte de la notion de l'EMP ou Épaisseur Maximale de Pâte. Celle-ci représente la distance maximale entre deux gros granulats lorsque le béton est soumis à une dilatation constante. La relation entre EMP et la dimension maximale de granulats  $D_{\max}$  s'écrit comme suit :

$$\text{EMP} = D_{\max} \cdot ((g^*/g)^{1/3} - 1)$$

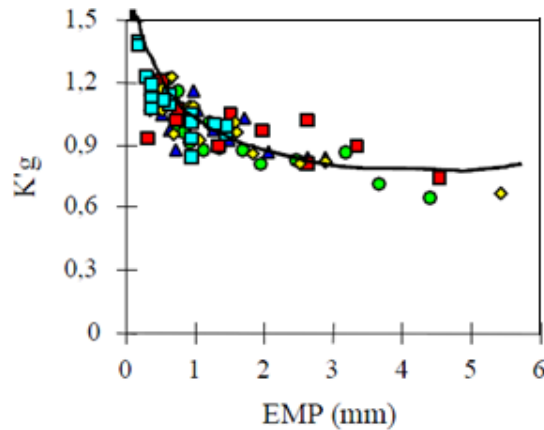
où  $g$  est le volume de granulats dans une unité de volume de béton, et  $g^*$  représente celui que l'on aurait à compacité maximale.

La résistance en compression du béton  $f_{cb}$  est ainsi définie comme la résistance de la pâte de ciment  $f_{cp}$  multipliée par un terme décrivant l'effet de l'EMP :

$$f_{cb} = f_{cp} \cdot \text{EMP}^{-r}$$



où  $r$  est compris entre 0,13 et 0,16. L'influence de l'EMP n'est pas donc négligeable. La Figure IV.8 montre l'évolution, avec l'EMP, de la résistance en compression de bétons ayant même rapport eau/ciment mais différentes quantités de pâte. On constate que la résistance diminue avec l'augmentation de l'EMP, donc avec l'augmentation de  $D_{max}$ . Physiquement, l'EMP pourrait être reliée à l'auréole de transition ou à l'orientation des cristaux de C-S-H : plus l'EMP est faible, plus les hydrates sont orientés, ce qui améliore leur résistance vis-à-vis des charges de compression [De Larrard, 2000].



**Figure IV.8 : relation entre résistance en compression (après élimination de l'effet du rapport eau/ciment) et Epaisseur Maximale de Pâte, pour quatre jeux indépendants de données - paramètre sans dimension en fonction de l'EMP en mm [De Larrard, 2000]**

#### IV.3.3.5. Discussion sur l'effet de la taille des granulats

Pour une fraction volumique d'inclusions donnée, nous avons noté, comme évoqué précédemment, une augmentation de la cinétique et de l'amplitude des gonflements avec l'augmentation de la taille des granulats (Figure IV.3). Ceci peut s'expliquer comme suit : si l'on considère deux matériaux ayant les mêmes proportions volumiques de pâte de ciment et de granulats, la surface spécifique des granulats dans le matériau formulé avec des inclusions de taille moyenne de 2800  $\mu\text{m}$  est environ 5 fois plus faible que celle dans le matériau formulé avec des inclusions de taille moyenne de 510  $\mu\text{m}$ . Par conséquent, une formation d'un même volume d'ettringite (due au fait que le volume de la pâte de ciment est le même) conduit à une épaisseur d'ettringite 5 fois plus importante sur les interfaces des inclusions de diamètre de 2800  $\mu\text{m}$  que celle sur les interfaces des inclusions de diamètre de 510  $\mu\text{m}$ . Dans ces conditions, le volume des pores disponibles à proximité des inclusions de diamètre de 2800  $\mu\text{m}$  pourrait être insuffisant pour les quantités importantes d'ettringite formée. Des pressions de cristallisation importantes pourront ainsi se développer, et le gonflement est dans ce cas favorisé. Au contraire, les cristaux d'ettringite vont précipiter librement sans générer de

pressions de cristallisation dans les pores à proximité des inclusions de diamètre 510  $\mu\text{m}$ . En effet, le volume des pores est vraisemblablement suffisant pour les faibles quantités d'ettringite formées. Les observations MEB que nous présenterons ultérieurement confirment cette hypothèse.

De plus, en se basant sur les recherches évoquées précédemment, l'influence de la taille des granulats sur la résistance du matériau et sur les concentrations de contraintes à proximité des interfaces pourrait être à l'origine de la différence des gonflements de nos matériaux. En effet, l'augmentation de la taille des granulats conduit à une augmentation de la distance de la zone perturbée par les concentrations des contraintes. Ceci a une influence sur l'ouverture des fissures aux interfaces, et ainsi sur l'accélération des échanges ioniques favorables à la précipitation d'ettringite. De plus, le matériau formulé avec des granulats de grandes tailles, est moins résistant que celui formulé avec de petites tailles.

Enfin, il est à noter que l'absence de gonflements dans les matériaux formulés avec les particules très fines (de diamètres de 20  $\mu\text{m}$  et de 45  $\mu\text{m}$ ) pourrait être due à une formation potentielle de carboaluminates de calcium hydratés ( $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\frac{1}{2}\text{CaCO}_3\cdot\frac{1}{2}\text{Ca}(\text{OH})_2\cdot 11,5\text{H}_2\text{O}$ ) rendant l'ettringite stable. En effet, la présence de fillers calcaires dans les matériaux cimentaires modifient la nature des hydrates formés [Kuzel et Meyer, 1993]. Comme évoqué précédemment, la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) n'est pas un composé complètement inerte. La présence des ions carbonates, libérés par sa dissolution en milieu basique, est susceptible d'éviter la transformation de l'ettringite d'hydratation précoce en monosulfoaluminate de calcium hydraté. Il se forme à nouveau de l'ettringite et de l'hémicarboaluminate de calcium hydraté. Dans ces conditions, l'ettringite formée est stable et ne présente aucun caractère expansif. L'utilisation de particules très fines, ayant des surfaces spécifiques très importantes, pourrait favoriser la libération des ions carbonates. Des mesures de teneurs en carboaluminates de calcium hydratés par diffraction des rayons X (DRX) devront être envisagées afin d'appuyer ou non cette hypothèse.

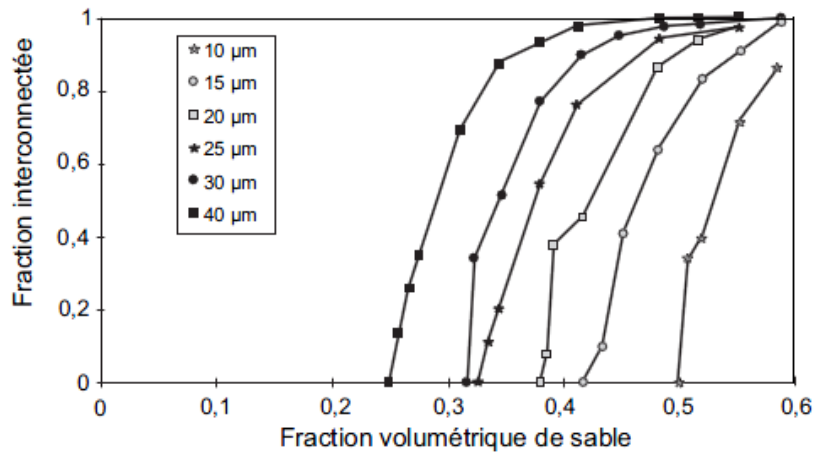
#### **IV.3.3.6. Discussion sur l'effet de la fraction volumique des granulats**

Les suivis dimensionnels de nos matériaux ont montré, pour une taille de granulats donnée, une augmentation de la cinétique et de l'amplitude des expansions avec l'augmentation de la fraction volumique des inclusions granulaires. Ces résultats ne sont pas en accord avec l'hypothèse proposée ci-avant, qui constate une augmentation de l'épaisseur de l'ettringite formée sur les interfaces avec la diminution de la surface d'échange entre la matrice cimentaire et les granulats. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que les échanges ioniques nécessaires à la rencontre des réactifs de la réaction de formation d'ettringite sont

d'autant plus faciles et plus rapides que la fraction volumique des granulats est grande. En effet, la Figure IV.9 [Garboczi, 1996] montre l'évolution de la fraction interconnectée des auréoles de transition dans des mortiers en fonction de la fraction volumique du sable et pour des différentes épaisseurs d'auréoles (résultats obtenus par simulations). D'une manière générale, on peut constater que la fraction interconnectée des auréoles est d'autant plus importante que la fraction volumique du sable est élevée. Quelle que soit l'épaisseur de l'auréole (entre 10 et 40  $\mu\text{m}$ ), les auréoles sont complètement interconnectées pour des teneurs en sable supérieures à 60%. De plus, on voit par exemple que si l'épaisseur de l'auréole est 40  $\mu\text{m}$ , la fraction interconnectée des auréoles est environ 60% pour une fraction volumique de sable de 30%, alors qu'au delà de 40% de teneur en sable, les auréoles semblent être complètement interconnectées.

Par conséquent, l'augmentation de la fraction volumique des inclusions à des niveaux supérieurs à 40% semble induire un réseau d'auréoles fortement connectées dans le matériau. Ceci facilite les échanges ioniques et l'accès à l'eau et donc favorise la précipitation d'ettringite. En effet, l'interface pâte-granulat, du fait de sa porosité plus élevée que celle du cœur de la matrice cimentaire, favorise la circulation des ions. Ceci pourrait expliquer le fait que les expansions observées dans les matériaux d2800p40 et d2800p50, formulés avec des fractions volumiques d'inclusions de 40% et 50% respectivement, sont nettement plus rapides et plus importantes que celles observées dans le matériau d2800p30. Le faible taux d'inclusions dans ce dernier (30%) conduit à une limitation des transports ioniques et donc à une limitation de la formation d'ettringite. Il se peut également qu'une lixiviation des ions alcalins induisant une chute de pH et favorisant la précipitation d'ettringite [Divet et Randriambololona, 1998], soit plus facile et se fasse plus rapidement dans le cas d'un réseau d'auréoles bien connectées.

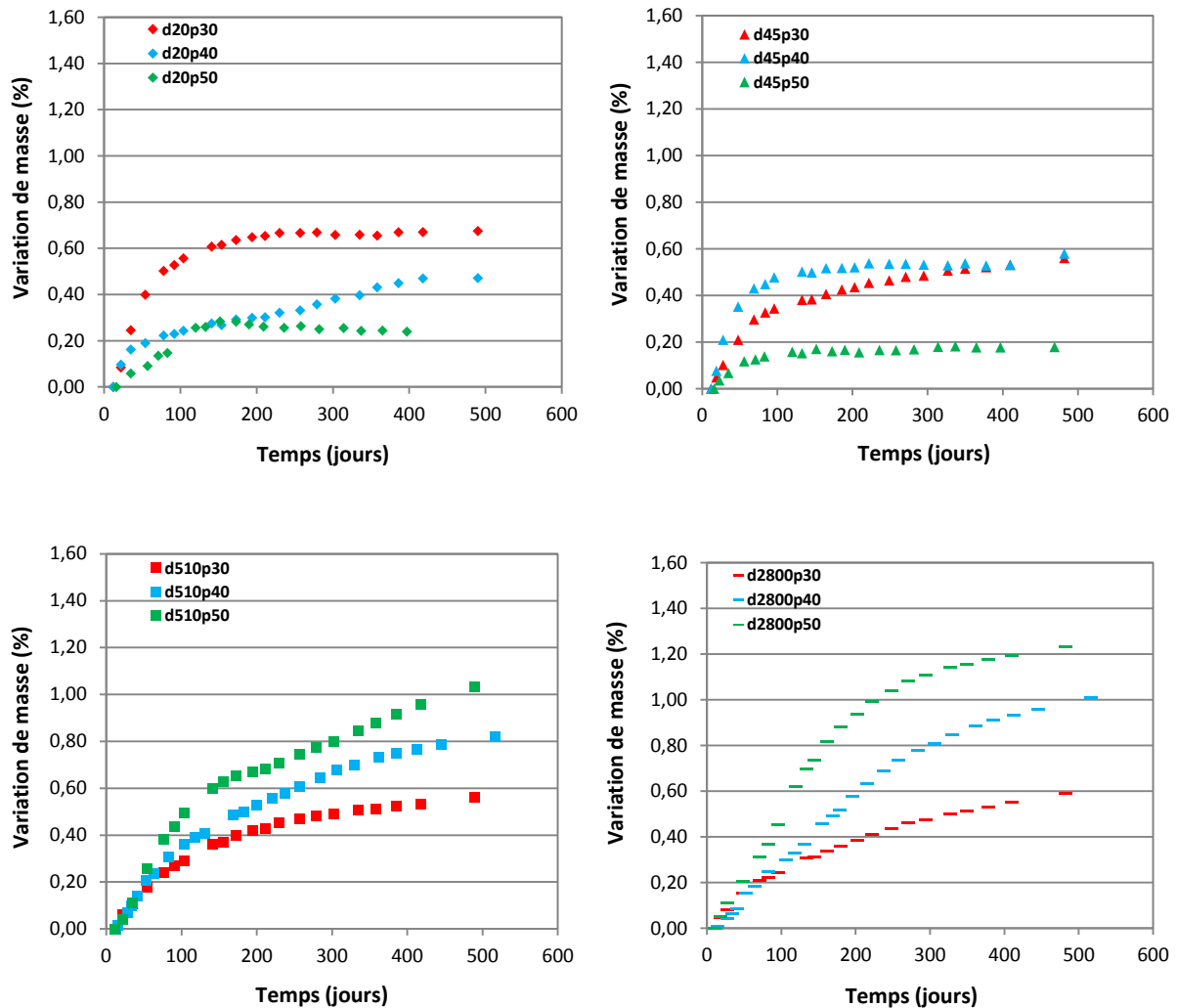
De plus, l'augmentation de la fraction volumique des inclusions conduit à des interactions importantes dans les contraintes concentrées autour des granulats. L'ouverture des fissures aux interfaces est dans ce cas plus importante, et la formation d'ettringite dans ces zones est ainsi favorisée.



**Figure IV.9 : fraction interconnectée des auréoles de transition dans des mortiers en fonction de la fraction volumique du sable et pour différentes épaisseurs des auréoles [Garboczi, 1996]**

#### IV.3.4. Variations massiques et comportements hydriques

Les évolutions massiques des matériaux au cours du temps sont représentées dans la Figure IV.10. Les éprouvettes subissent dans un premier temps un gain de poids attribué à l'imbibition des matériaux. Ensuite, l'évolution de prise de masse dépend de l'apparition ou non du gonflement. En effet, le cas des faibles gonflements se traduit par une hausse très lente de la masse au cours du temps qui est due au remplissage de la porosité du matériau par l'eau et à la poursuite du processus de l'hydratation du ciment anhydre. Par contre, lors de gonflements significatifs, les matériaux voient leurs masses augmenter avec une cinétique plus rapide. Les cinétiques et les amplitudes de prise de masse sont d'autant plus importantes que l'expansion est importante. En effet, l'apparition de fissures dans ces matériaux accélère la prise d'eau. L'origine des gains de masse lors des expansions est attribuée, en plus de remplissage des pores, à une pénétration d'eau dans les fissures développées suite au gonflement induit par la formation d'ettringite, mais également à l'ettringite elle-même qui comprend de l'eau dans sa composition.



**Figure IV.10 : comparaison des suivis massiques en fonction des diamètres moyens et des fractions volumiques des inclusions**

La Figure IV.11 compare les évolutions des déformations en fonction des variations relatives de masse pour les matériaux formulés avec les inclusions de diamètres moyens de 510  $\mu\text{m}$  et de 2800  $\mu\text{m}$ . Les courbes révèlent des comportements hydriques similaires pour des matériaux formulés avec des inclusions de même diamètre quels que soient leurs taux volumiques. En effet, on note l'existence d'une relation affine entre déformations et variations de masse. Les courbes sont quasi-linéaires à partir d'un certain seuil de prise de masse et possèdent des pentes comparables. Par contre, les comportements hydriques des matériaux comportant des inclusions au même taux mais d'un diamètre différent ne sont pas similaires. La principale différence entre ces formules étant le diamètre des inclusions, c'est donc cet élément qui est à l'origine de ce changement. Ceci peut correspondre à un changement de microstructure suite à la différence des tailles de granulats, pouvant conduire à des changements de comportements hydrique et mécanique du matériau.

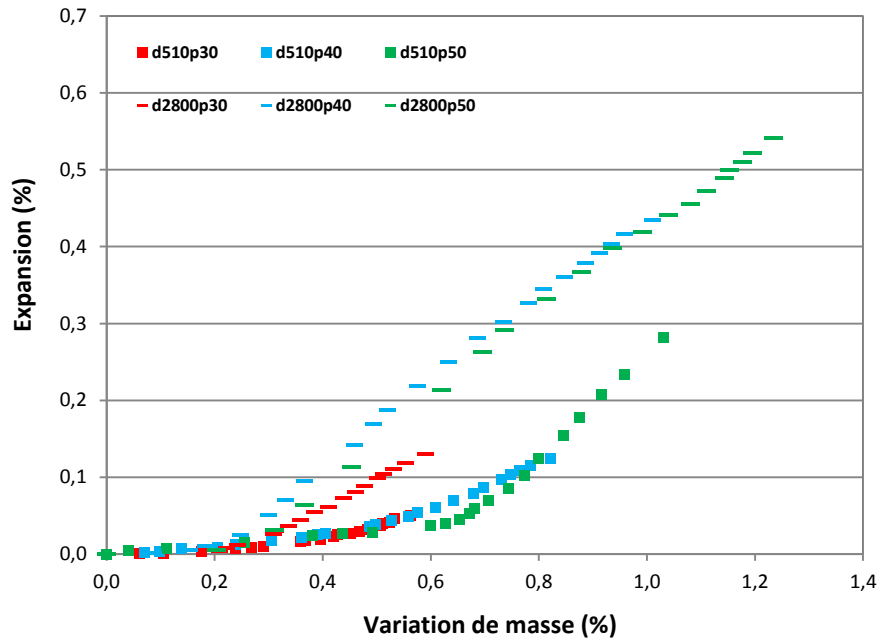


Figure IV.11 : évolutions des déformations en fonction des prises de masse

### IV.3.5. Caractérisation microscopique

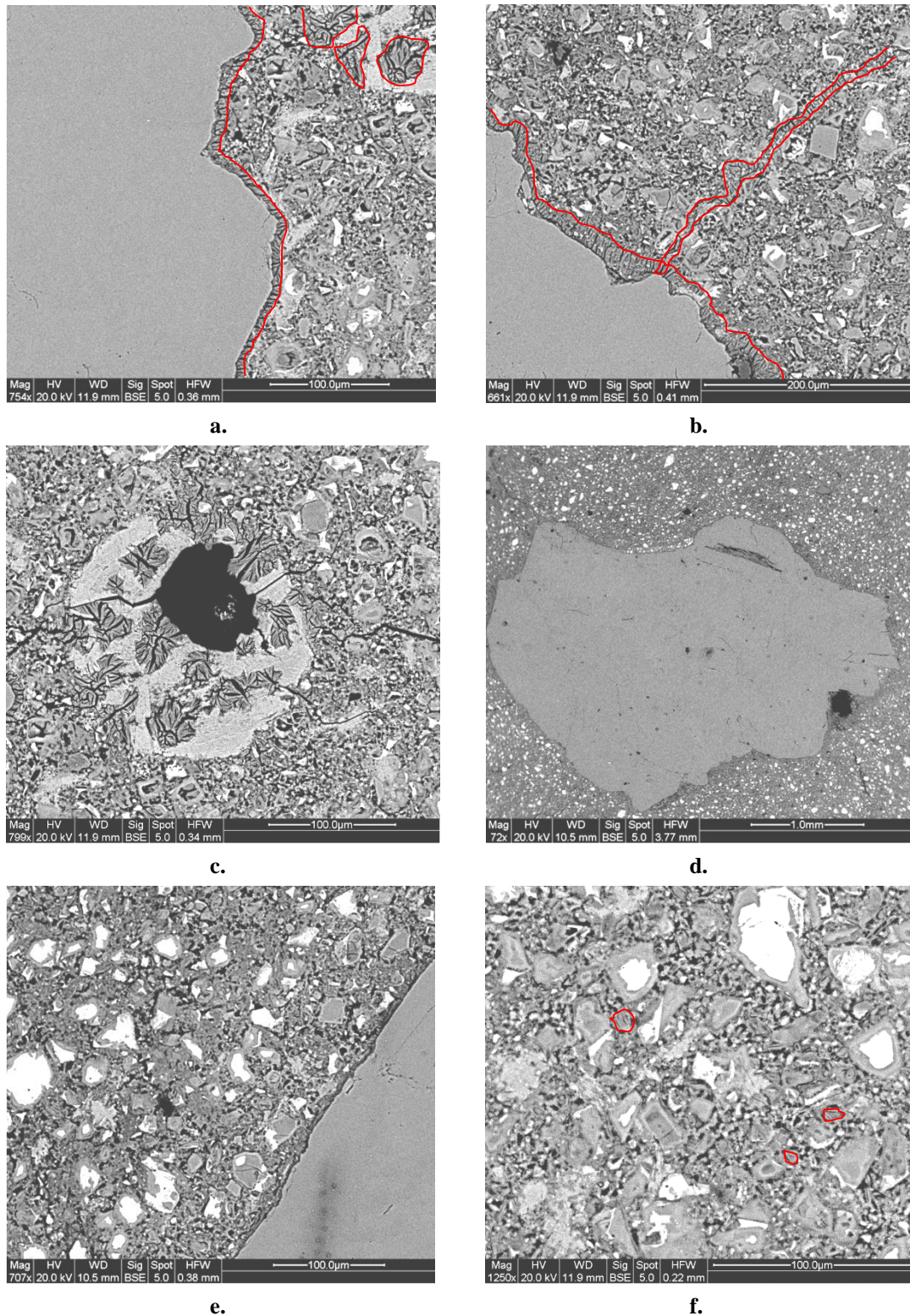
Dans le but de comparer les microstructures des matériaux, des observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées à l'âge d'environ 400 jours sur des surfaces polies de matériaux présentant ou non des gonflements. Les images regroupées dans la Figure IV.12 sont issues des examens réalisés sur des échantillons de matériaux d2800p50 et d2800p30 dont l'expansion était de 0,52% et 0,12% respectivement. Ces observations mettent en évidence dans le matériau d2800p50 la présence d'une teneur importante en ettringite qui se dépose massivement aux interfaces pâte-granulats (Figure IV.12-a), tout comme au sein de la matrice cimentaire sous forme de veine (Figure IV.12-b) et parfois dans des vacuoles (Figure IV.12-c). D'autre part, à l'issue des observations effectuées sur le matériau d2800p30, il est constaté que les interfaces pâte-granulats dans ce matériau sont cohésives (Figure IV.12-d) et ne présentent pas de dépôt d'ettringite (Figure IV.12-e). Cependant, quelques traces d'ettringite sous forme de nodules sont parfois détectées dans la matrice cimentaire (Figure IV.12-f), ce qui expliquerait la faible expansion observée dans ce matériau.

La Figure IV.13 est caractéristique des observations réalisées sur des échantillons de matériaux d510p50 et d510p30 dont l'expansion était de 0,22% et de 0,04% respectivement. Les interfaces pâte-granulats du matériau d510p50 semblent légèrement microporeuses (Figure IV.13-a) et présentent parfois d'une manière ponctuelle des couches d'ettringite

(Figure IV.13-b). De l'ettringite comprimée est détectée ponctuellement au sein de la matrice cimentaire et dans des vacuoles (Figure IV.13-c) mais très rarement dans des veines. La formation de cette ettringite dans la pâte pourrait être à l'origine de l'apparition de vides autour des inclusions. D'autre part, les observations sur le matériau d510p30 permettent d'illustrer la bonne cohésion entre la pâte de ciment et les granulats. Les interfaces ne présentent aucune trace d'ettringite (Figure IV.13-d). D'une manière générale, le matériau semble compact. On note toutefois la présence de quelques traces d'ettringite dans quelques pores mais en très faible quantité (Figure IV.13-e et f).

Enfin, la Figure IV.14 est représentative des états microscopiques des matériaux d20p30 et d45p30 dont l'expansion était de 0,06% et 0,05% respectivement. On note au sein de la matrice cimentaire la présence d'ettringite qui ne semble pas symptomatique d'expansion (Figure IV.14-a, d et e). La pâte de ciment semble fortement microporeuse (Figure IV.14-b, et f) et des vacuoles partiellement remplies d'ettringite sont parfois détectées (Figure IV.14-c).

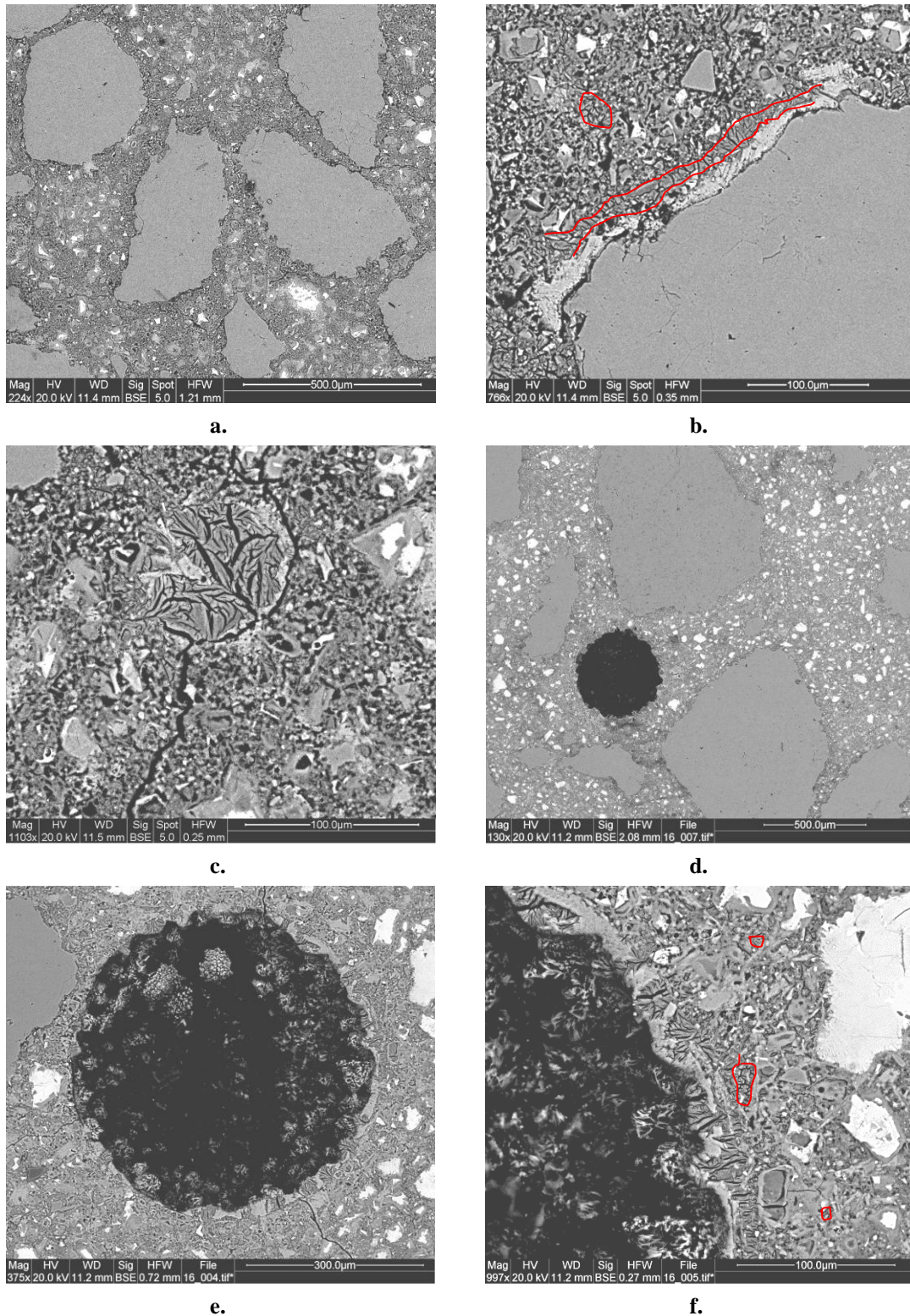
Les états microscopiques de ces matériaux semblent globalement cohérents avec les résultats des évolutions dimensionnelles. Ces observations confirment le fait que l'ettringite qui se forme aux interfaces pâte-granulats est la source de l'accélération des gonflements et de la plus grande partie de l'expansion mesurée (la fraction sigmoïde du gonflement). En effet, l'ettringite était présente sur les interfaces pâte-granulats uniquement dans des matériaux présentant un gonflement sigmoïde, comme le cas du matériau d2800p50. Dans le cas des matériaux présentant des gonflements lents ou négligeables, l'ettringite était uniquement localisée ponctuellement au sein de la pâte de ciment. La croissance de cette ettringite ne semble pas générer une pression importante de cristallisation. D'une manière générale, le phénomène d'expansion due à la croissance d'ettringite massive aux interfaces pâte-granulats et dans les fissures ne semble pouvoir démarrer que si celui dû à la croissance de cristaux d'ettringite dans la pâte de ciment atteint un stade déjà avancé.



**Figure IV.12 : observations microscopiques des matériaux d2800p50 et d2800p30 (~400 jours)**

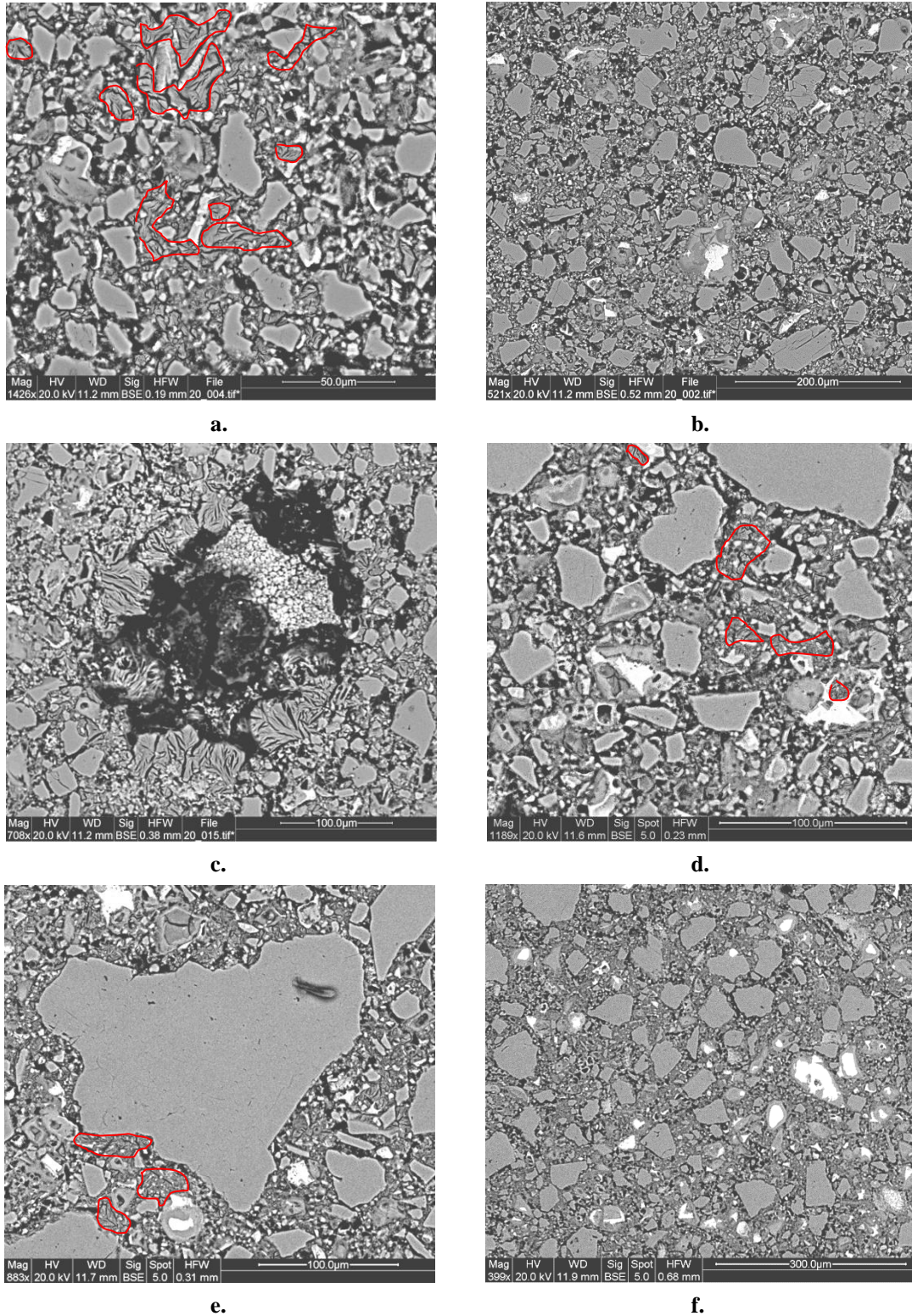
- a) ettringite à l'interface pâte-granulat et à proximité dans la matrice cimentaire (d2800p50)
- b) présence d'ettringite au niveau de l'interface et au sein d'une veine/fissure (d2800p50)
- c) vacuole partiellement remplie d'ettringite et de calcite (d2800p50)
- d) bonne cohésion pâte-granulat (d2800p30)
- e) interface pâte-granulat sans présence d'ettringite (d2800p30)
- f) présence de phases anhydres, de nodules d'ettringite dans la pâte de ciment microporeuse (d2800p30)





**Figure IV.13 : observations microscopiques des matériaux d510p50 et d510p30 (~400 jours)**

- a) interfaces pâte-granulats légèrement microporeuses (d510p50)
- b) présence ponctuelle d'une couche d'ettringite à l'interface pâte-granulat (d510p50)
- c) vacuole remplie d'ettringite et fissure vide (d510p50)
- d) aperçu général : matériau compact et bonne cohésion pâte-granulats (d510p30)
- e) présence en faible quantité d'ettringite sur la paroi d'une vacuole (d510p30)
- f) zoom de « e » : présence de phases anhydres et de nodules d'ettringite dans la pâte de ciment microporeuse (d510p30)



**Figure IV.14 : observations microscopiques des matériaux d20p30 et d45p30 (~400 jours)**

- a) zone d'ettringite massive mêlée à la matrice cimentaire (d20p30)
- b) matrice cimentaire fortement microporeuse (d20p30)
- c) vacuole partiellement remplie d'ettringite (d20p30)
- d) ettringite au sein de la matrice cimentaire (d45p30)
- e) ettringite aux alentours d'un granulat au sein de la matrice cimentaire (d45p30)
- f) matrice cimentaire fortement microporeuse (d45p30)

### IV.3.6. Evolutions des modules dynamiques

La Figure IV.15 compare les évolutions des modules dynamiques des matériaux au cours du temps. Les modules dynamiques initiaux s'échelonnent entre 8 et 26 GPa. Ensuite, toutes les évolutions se limitent à des améliorations plus ou moins importantes suivant les matériaux. Ceci révèle des légères améliorations dans les performances mécaniques. Ces résultats sont en contradiction avec ceux présentés dans le chapitre précédent où la vitesse du gonflement était directement corrélée à l'évolution du module dynamique. En effet, aucune chute de module n'a été observée, même dans les matériaux dont les expansions atteignent des amplitudes importantes, comme le cas des éprouvettes d2800p40, d2800p50 et d510p50 dont l'expansion atteint respectivement 0,43%, 0,54% et 0,28%. Les accélérations des expansions dans ces matériaux n'ont pas été accompagnées par des diminutions de module dynamique.

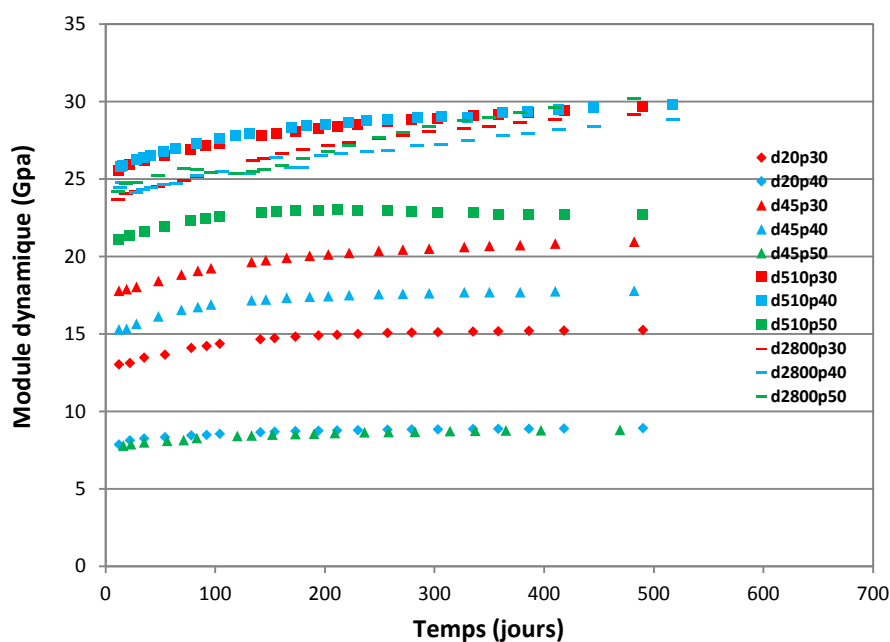


Figure IV.15 : évolutions des modules dynamiques

La taille maximale des inclusions granulaires de nos matériaux étant 2,8 mm, ceci pourrait expliquer les faibles endommagements observés. En effet, les recherches récapitulées dans la section IV.3.3.4 montrent que la résistance des matériaux augmente avec la diminution de la taille des granules.

La nature des granules qui sont de type calcaire pourrait être également à l'origine de ce comportement mécanique des matériaux. Les matériaux à base de granules calcaires

semblent moins souffrir de la RSI, d'un point de vue mécanique, que les matériaux à base de granulats siliceux. La comparaison des observations microscopiques présentées ci-avant avec celles présentées dans le chapitre précédent, où il s'agissait d'une étude sur un béton à base de granulats siliceux, montrent que certains points distinguent les matériaux à base de granulats calcaires des matériaux à base de granulats siliceux. Une bonne interpénétration entre la pâte et le granulat est notée au niveau de l'interface dans le cas de l'utilisation d'un granulat calcaire. Ainsi, une continuité mécanique au passage de l'interface semble pouvoir exister. Au contraire, les interfaces pâte-granulats siliceux sont généralement cisailées et parfois ouvertes. Une continuité mécanique au passage de l'interface ne semble donc pas pouvoir exister. Ceci pourrait être dû à la différence des coefficients de dilatation thermique des granulats. Ce coefficient vaut environ  $8.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour un granulat calcaire et  $11.10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour un granulat siliceux [Fintel, 1974]. Après une hydratation à une température élevée, et lors du retour à la température ambiante, la différence de coefficient de dilatation entre la pâte de ciment et les granulats génère des contraintes aux interfaces. Les granulats siliceux se dilatent plus que les granulats calcaires. Ainsi, les zones de décohésion dans la pâte autour des granulats siliceux sont plus importantes que celles autour des granulats calcaires. Cette différence de conditions d'interfaces, ajoutée au fait qu'il existe une meilleure interpénétration de la pâte de ciment et des granulats calcaires par rapport aux granulats siliceux peut expliquer que la liaison mécanique est favorisée avec les granulats calcaires alors qu'elle est défavorisée avec les granulats siliceux. Cette différence de caractéristique mécanique de l'interface peut certainement jouer de manière significative sur l'endommagement ou non des matériaux atteints de RSI, notamment en jouant sur la participation des granulats au confinement de l'expansion.

#### **IV.4. Analyse quantitative de la fissuration des matériaux**

Nous avons réalisé dans le cadre de cette étude une caractérisation quantitative de la fissuration des matériaux à l'aide d'une technique basée sur l'imprégnation de la surface du matériau par une résine fluide et fluorescente. Le principe de cette technique consiste à révéler la fissuration interne du matériau, puis à mesurer des paramètres 2D quantitatifs relatifs à cette fissuration par analyse d'images. Cette caractérisation a été effectuée à deux échéances (aux âges de 28 jours et 280 jours) uniquement sur les matériaux d2800p30, d2800p40 et d2800p50. Pour chacune de ces formulations, trois échantillons issus d'une même éprouvette ont été examinés à chaque échéance (chacun représente une plaque de diamètre 11 cm et d'épaisseur environ 2 cm).

#### IV.4.1. Méthode des sécantes orientées

La quantification des paramètres de fissuration est réalisée en utilisant la méthode des sécantes orientées. Le principe de cette méthode consiste à couvrir la surface du matériau avec un réseau de lignes droites parallèles équidistantes et orientées suivant un angle  $\theta_i$  donné par rapport à une direction fixe (Figure IV.16). Le nombre d'intersections  $N(\theta_i)$  entre les fissures et cet ensemble de ligne, ramené à la longueur des sécantes, correspond à la densité  $N_L(\theta_i)$  ou nombre d'interceptes par unité de longueur suivant  $\theta_i$  :

$$N_L(\theta_i) = N(\theta_i)/L(\theta_i)$$

Les valeurs des densités  $N_L(\theta_i)$  sont déterminées en faisant varier l'angle d'orientation du réseau de lignes entre  $0^\circ$  et  $180^\circ$ . Le nombre spécifique d'intersections  $\underline{N}_L$  moyenné suivant toutes les directions inspectées est relié à la longueur spécifique des fissures  $L_A$  par la relation suivante :

$$L_A = \Pi/2/\underline{N}_L$$

Le degré d'orientation des fissures  $\omega$  peut être estimé à partir de la relation suivante :

$$\omega = 100.(N_{Lmax} - N_{Lmin})/(N_{Lmax} + (\Pi/2-1)N_{Lmin})$$

$N_{Lmax}$  et  $N_{Lmin}$  sont respectivement les valeurs maximales et minimales des  $N_L(\theta_i)$ ,  $\omega$  [%] est le degré d'orientation des fissures dans le plan d'observation, compris entre 0% et 100%. Ce paramètre caractérise le degré d'anisotropie de la fissuration.

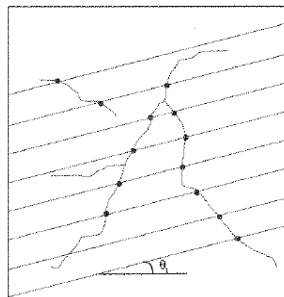


Figure IV.16 : schéma du principe de la méthode des sécantes orientées

#### IV.4.2. Préparation de l'échantillon

La préparation de la surface destinée à l'examen débute par le prélèvement d'une tranche de matériau d'épaisseur 2 cm environ. Ensuite, un polissage est réalisé afin d'éliminer les traces du sciage et d'aplanir les faces de l'échantillon. Après, un entourage latéral de l'échantillon à l'aide d'un ruban adhésif en aluminium est effectué de sorte que ce dernier dépasse de quelques millimètres la surface à imprégner. Ensuite, une imprégnation de la surface de l'échantillon avec la résine fluorescente est faite afin d'y déposer une couche d'environ 2 mm. Enfin, l'excès de résine est enlevé par polissage jusqu'à l'apparition nette des fissures. Les différentes étapes de cette préparation sont décrites par la Figure IV.17.



a.



b.



c.



d.



e.



f.

Figure IV.17 : étapes de préparation de l'échantillon

### IV.4.3. Analyse d'images et calcul des paramètres de fissuration

La détermination des paramètres quantitatifs de la fissuration est réalisée par analyse d'images. Après préparation de l'échantillon, des observations microscopiques sont réalisées à l'aide d'un microscope à fluorescence. Un grandissement de 25X est choisi dans le cadre de cette campagne d'essais. Le choix de ce grandissement résulte du fait qu'il permet d'ausculter la surface de l'échantillon avec un bon compromis résolution/temps d'analyse. Chaque image acquise est traitée individuellement à l'aide du logiciel « PICTURE » développé par la section traitement d'images du LCPC [Moliard et Belin, 2006]. Le traitement utilisé permet une reconnaissance des microfissures grâce au contraste qu'offre la technique d'imprégnation, par le biais de traitements morphologiques en niveaux de gris. L'image binaire des fissures est simplifiée et les paramètres de la fissuration (longueur spécifique et degré d'orientation) sont ensuite calculés en mettant en œuvre la méthode des sécantes orientées décrite précédemment, et en adoptant un nombre de rotation égal à 9 et une distance entre droites de 1 pixel. Un exemple d'image traitée est présenté sur la Figure IV.18 (la distance entre les sécantes sur cette image n'est pas égale à 1 pixel pour des raisons de lisibilité).

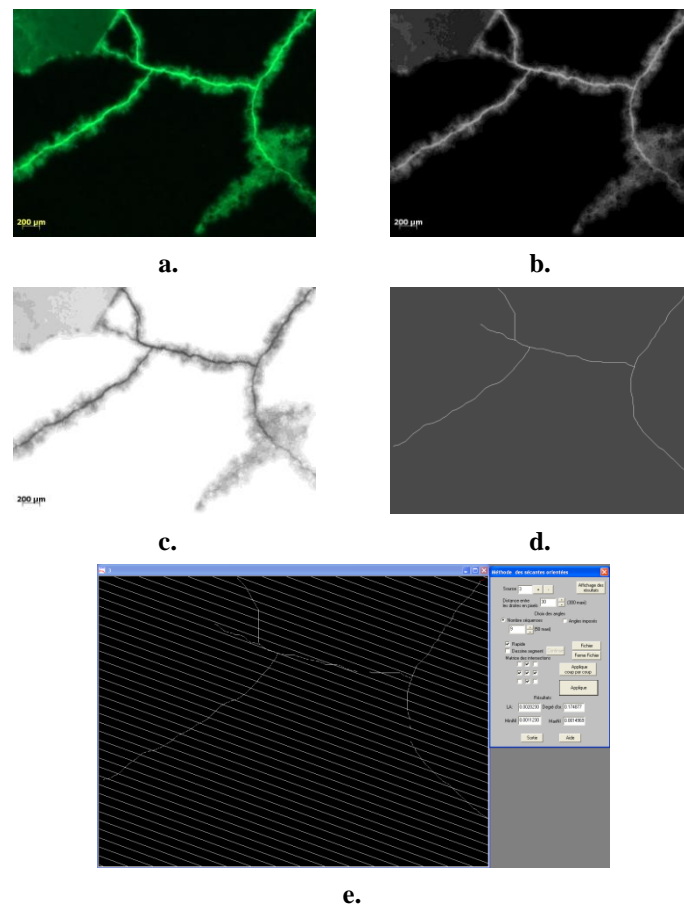
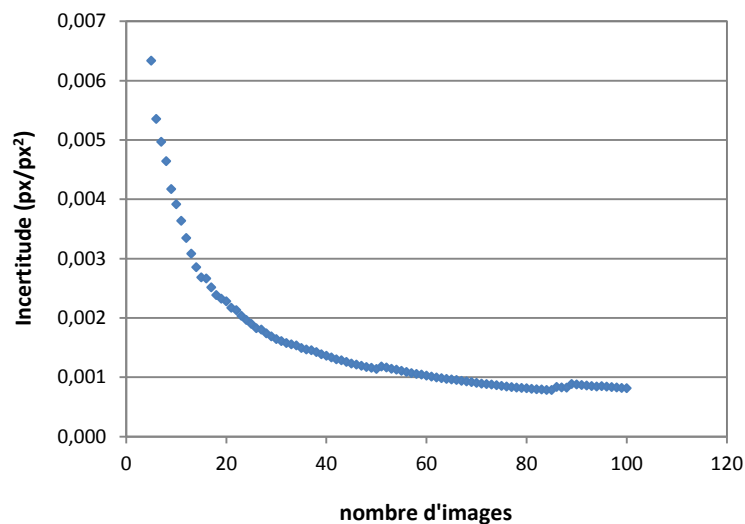


Figure IV.18 : mise en évidence et quantification de fissures

Afin d'apprécier la représentativité des champs observés, une optimisation du nombre d'images nécessaires pour cette analyse quantitative est mise en évidence. Pour cela, l'évolution de l'incertitude de la moyenne de la longueur spécifique de fissuration, correspondant à un intervalle de confiance de 95%, en fonction du nombre d'images analysées, est présentée sur la Figure IV.19 (incertitude =  $2\sigma/(n^{1/2})$  ;  $\sigma$  étant l'écart type et  $n$  le nombre d'images). Nous observons que l'incertitude semble se stabiliser et tendre vers un palier à partir d'environ 60 images. De ce fait, un traitement d'environ 100 images uniformément réparties est retenu pour chacune des surfaces examinées.

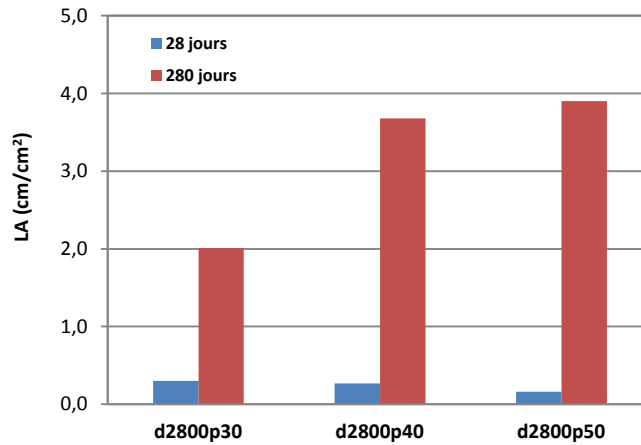


**Figure IV.19 : incertitude de la moyenne de la longueur spécifique de fissures en fonction du nombre d'images analysées**

#### **IV.4.4. Comparaison des paramètres de fissuration**

Les résultats de calcul des longueurs spécifiques de fissuration aux âges de 28 jours et de 280 jours des matériaux d2800p30, d2800p40 et d2800p50 sont présentés dans la Figure IV.20. Chaque valeur est issue de la moyenne des valeurs calculées sur trois échantillons, chacune faisant l'objet d'une moyenne sur 100 images.





**Figure IV.20 : comparaison des densités de fissuration des matériaux d2800p30, d2800p40 et d2800p50**

Les valeurs des densités de fissuration mesurées à 28 jours sont comprises entre 0,16 et 0,30 cm/cm<sup>2</sup>. Ces valeurs traduisent un faible taux de fissuration initiale dans les matériaux. Ceci montre qu'il y avait peu de fissuration suite au traitement thermique. Ensuite, les mesures réalisées à 280 jours mettent en évidence des densités de fissuration nettement plus importantes (d'un facteur 6 à 24) traduisant la présence de fissuration nettement plus développée dans les matériaux après gonflement. Les densités mesurées sont comprises entre 2,01 et 3,90 cm/cm<sup>2</sup>. Ceci révèle une évolution dans le temps de la fissuration suite au gonflement de ces matériaux atteints de RSI.

D'autre part, la Figure IV.21 compare les degrés d'orientation de la fissuration dans ces matériaux. Chaque valeur résulte de la moyenne des valeurs des degrés d'orientation calculées sur trois échantillons, chacune calculée sur une image résultant de la superposition des 100 images des fissures extraites des photos traitées. Les résultats révèlent une diminution de ce paramètre après gonflement. Ceci confirme que le développement des fissures dans les matériaux se fait d'une manière multidirectionnelle.

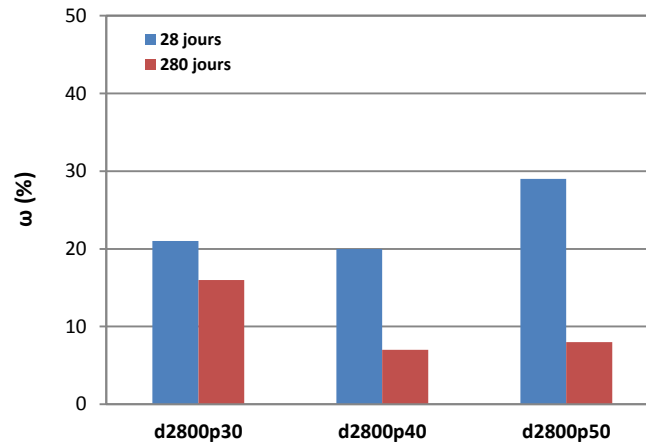


Figure IV.21 : comparaison des degrés d'orientation de la fissuration des matériaux d2800p30, d2800p40 et d2800p50

Des améliorations devront être envisagées afin de pouvoir développer une méthode de caractérisation de la fissuration par analyse automatique d'images. Ceci permettra de traiter un nombre d'images plus important, et de réaliser une analyse à plus faible échelle en utilisant un grandissement permettant de visualiser des microfissures plus profondes. La représentativité des champs observés sera dans ce cas également améliorée.

## IV.5. Modélisation numérique des gonflements par RSI

Des modèles numériques à l'échelle mésoscopique ont été développés au LMT-Cachan, puis au Laboratoire de Mécanique de Lille (LML) dans le but de proposer une représentation fine des phénomènes de fissuration pour les matériaux cimentaires [Benkemoun, 2010 ; Colliat et al., 2011]. Nous présentons dans cette section l'application d'un modèle faite par Jean-Baptiste Colliat et son équipe à nos expériences.

De manière générale, la modélisation du comportement mécanique des matériaux hétérogènes, tels que les matériaux cimentaires, est fortement liée à l'échelle d'observation. À l'échelle macroscopique, ces matériaux sont considérés comme homogènes et conduisent à des modèles phénoménologiques largement utilisés, tels que la plasticité et l'endommagement. Ces modèles reposent sur des quantités macroscopiques, telles que les contraintes et les déformations, et des lois macroscopiques dérivant d'un cadre thermodynamique [Lemaitre et Chaboche, 2004]. Toutefois, étant formulé sur la base d'un Volume Élémentaire Représentatif, ces modèles sont peu capables de décrire correctement les mécanismes physiques (mécanisme de rupture, de dégradation ou de transport) qui se

déroulent aux échelles fines. Ceci est dû à l'absence d'une représentation explicite des hétérogénéités (par exemple tailles, formes et distribution des inclusions) présentes à ces échelles et qui jouent un rôle fondamental dans la plupart des phénomènes physiques observés à l'échelle macroscopique.

Ainsi, suivant la démarche développée dans [Colliat et al., 2011], à l'échelle mésoscopique (échelle millimétrique), un matériau cimentaire peut être traité en considérant deux différentes phases : le squelette granulaire et la matrice cimentaire. La représentation explicite de ces phases conduit par ailleurs à l'introduction d'une interface (ou interphase) entre la matrice et les granulats. Une approche fondée sur des modèles à cette échelle possède une faisabilité et une utilité importantes pour l'étude de l'influence de la composition du matériau sur les propriétés macroscopiques, ainsi que pour la prise en compte de l'origine et de la nature de la non-linéarité observée dans le comportement de ces matériaux. En effet, contrairement aux modèles utilisés à l'échelle macroscopique, les modèles à l'échelle mésoscopique, sont capables d'intégrer par une analyse multi-échelle tous les détails relatifs au comportement à l'échelle macroscopique. Ceci est particulièrement vrai pour la fissuration, qui peut apparaître dans chacune des deux phases ainsi qu'aux interfaces.

#### **IV.5.1. Méso-modèle mécanique**

L'approche utilisée est basée sur la méthode des éléments finis enrichis (méthodes dites E-FEM pour « Enhanced Finite Element Method), développée dans les travaux de [Benkemoun, 2010] pour les matériaux cimentaires.

Dans cette approche, le matériau est considéré comme un matériau bi-phasique formé d'inclusions granulaires et d'une matrice cimentaire. Le processus de maillage retenu pour tenir compte de ces inclusions est fondé sur un maillage non adapté aux interfaces. Ainsi, le maillage est non contraint par la position géométrique des interfaces et certains éléments sont coupés en deux parties, chacune ayant des propriétés élastiques ou de rupture différentes. Une discontinuité faible (saut fini dans le champ de déformations) est ainsi introduite dans chaque élément afin de prendre en compte cette cinématique particulière. De cette façon, trois types d'éléments apparaissent (Figure IV.22) : ceux entièrement inclus dans la matrice (discontinuité faible non activée), ceux entièrement inclus dans les granulats (discontinuité faible non activée) et ceux coupés en deux par une interface physique (discontinuité faible activée) [Benkemoun, 2010 ; Colliat et al., 2011].

Parallèlement, la fissuration est introduite au moyen de discontinuités fortes (saut fini dans le champ de déplacements) au sein de chaque élément. Ces discontinuités permettent de représenter aussi bien les microfissures qui apparaissent au sein de chacune des deux phases (inclusions ou matrice), que les décohésions aux interfaces (méthodes E-FEM [Ibrahimbegovic et al., 2007]).

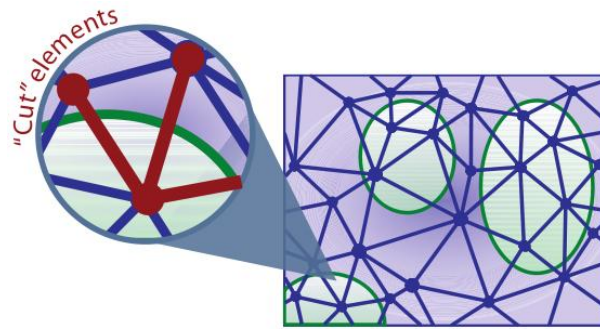


Figure IV.22 : maillage non-adapté pour un matériau bi-phasique : éléments coupés par l'interface [Colliat et al., 2011]

Afin de représenter un comportement quasi-fragile et décider de l'apparition des fissures, une fonction seuil (critère de localisation) est utilisée pour activer la discontinuité forte. Dans notre cas, elle est définie sur la base de la composante normale des contraintes, telle que :

$$\Phi(t) = t - (\sigma_f - q)$$

où  $t$  et  $\sigma_f$  sont respectivement la composante normale du vecteur contrainte sur la discontinuité et la contrainte de rupture, et  $q$  est la fonction d'écrouissage définie par  $q = k(u^+ - u^-)$  en considérant la forme exponentielle :

$$k(u^+ - u^-) = \sigma_f (1 - \exp(-\sigma_f/G_f(u^+ - u^-)))$$

où  $G_f$  est l'énergie de rupture définie comme l'aire sous la courbe  $t$  vs.  $u^+ - u^-$  (Figure IV.23).

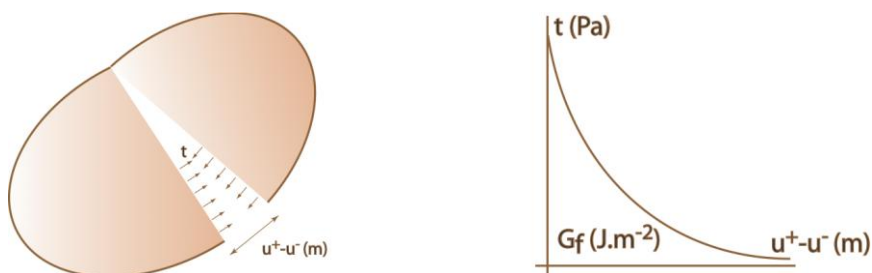


Figure IV.23 : représentation d'une discontinuité forte [Colliat et al., 2011]

Ainsi, le saut de déplacement  $u^+ - u^-$  correspondant à la discontinuité forte est interprété comme étant l'ouverture de la fissure à l'échelle mésoscopique. L'amplitude de ce saut est essentiellement pilotée par la valeur de l'énergie de rupture (ou énergie de fissuration)  $G_f$  qui représente la quantité d'énergie nécessaire à la création et l'ouverture complète d'une fissure d'aire unité.

### IV.5.2. Réponse macroscopique

Sur la base du modèle décrit précédemment, le phénomène de la RSI est modélisé en considérant une expansion de la matrice cimentaire suite à la formation d'ettringite dans celle-ci. Cette expansion est supposée homogène et le volume des inclusions est constant. Nous avons opté pour une modélisation 3D des gonflements dans les matériaux formulés avec les inclusions ayant des diamètres 2800  $\mu\text{m}$  et 510  $\mu\text{m}$ . Dans ce contexte, nous considérons un cylindre de diamètre 11 cm et de hauteur 22 cm contenant des inclusions sphériques élastiques (Figure IV.24) suivant trois fractions volumiques (30, 40 et 50%). De façon à rendre compte de la variabilité morphologique ainsi introduite, chacun des six cas ainsi définis a fait l'objet d'une centaine de réalisations. La chaîne de Monte-Carlo ainsi définie permet, pour chacun des cas, de définir des estimateurs non-biaisés des quantités d'intérêt macroscopiques choisies, ainsi que les intervalles de confiance associés.

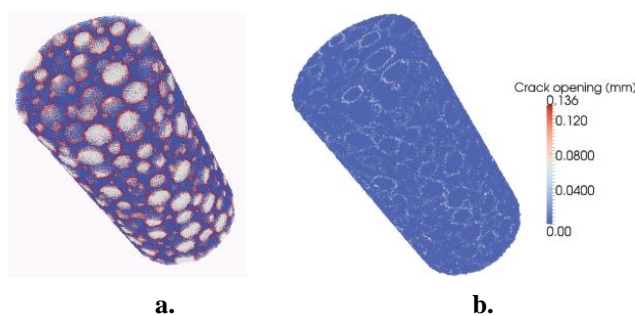


Figure IV.24 : échantillon cylindrique (11 cm  $\times$  22 cm), pâte en bleu, inclusions en blanc, interfaces en rouge (a) et fissuration après gonflement (b)

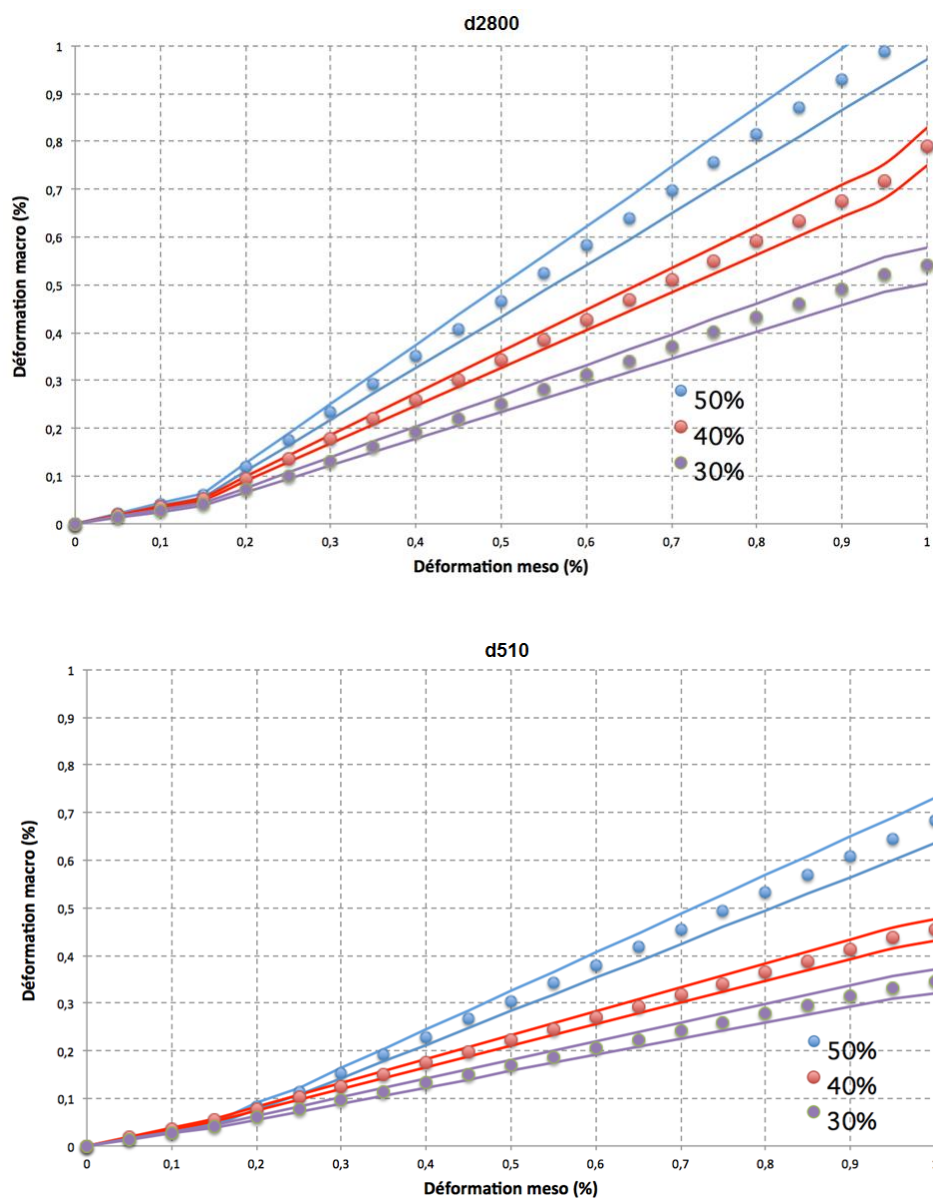
Les propriétés matérielles retenues sont présentées dans le Tableau IV.2. Les simulations sont réalisées en supposant une expansion homogène de la matrice cimentaire jusqu'à 1%. L'expansion du matériau est ensuite calculée en mesurant les variations dimensionnelles de trois axes situés sur la surface extérieure de l'échantillon cylindrique et de façon cohérente avec les essais menés.

	$E$ (GPa)	$\sigma_f$ (MPa)	$G_f$ (J.m <sup>-2</sup> )
<i>Matrice cimentaire</i>	12	1,5	20
<i>Inclusions</i>	70		
<i>Interface</i>		0,5	10

Tableau IV.2 : propriétés matérielles des phases

La Figure IV.25 représente l'évolution des expansions (macroscopiques) des matériaux en fonction des expansions (mésoscopiques) des matrices cimentaires associées, avec un intervalle de confiance de 95%. Les expansions présentent chacune deux régimes linéaires. Dans un premier temps, il s'agit d'un comportement élastique linéaire. Ceci est observé jusqu'à une expansion de la matrice d'environ 0,15%. Ensuite, au delà de cette valeur, le gonflement du matériau évolue en fonction de celui de la matrice d'une manière plus rapide, et l'expansion macroscopique observée est d'autant plus rapide que la fraction volumique des inclusions est élevée. De plus, les expansions sont d'autant plus rapides et plus importantes que la taille et la fraction volumique des inclusions sont importantes. Ces résultats sont globalement en accord avec les résultats expérimentaux. Il est à noter que les propriétés matérielles des phases n'ont pas été mesurées. Les valeurs choisies ont permis de trouver le comportement de nos matériaux sous sollicitation simple (traction pure). Des mesures de ces propriétés et un couplage chimico-mécanique (prise en compte des alcalins) devraient être envisagées afin d'améliorer la compréhension des mécanismes mis en jeu.

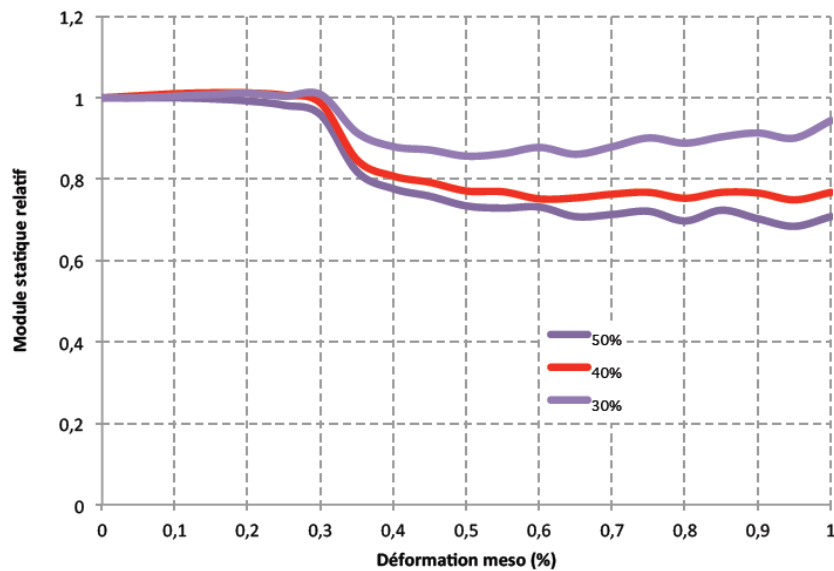
Par ailleurs, une détermination des propriétés mécaniques résiduelles a pu être menée pour chaque morphologie et à chaque niveau de gonflement. La Figure IV.26 représente la variation du module statique (déterminé par un essai de traction simple dans l'axe de l'éprouvette). Cette variation est représentée de manière relative (chaque cas est normé par rapport au module de l'éprouvette saine).



**Figure IV.25 : évolutions des expansions macroscopiques des matériaux en fonction de l'expansion mésoscopique de la matrice cimentaire – cas des matériaux formulés avec les inclusions de diamètres moyens de 2800 µm et 510 µm**

On observe clairement une chute importante du module résiduel au cours du gonflement, avec un seuil plus important que pour les résultats précédents (autour de 0,3%). Ceci s'explique par le caractère plus « intégral » du module macroscopique. Ainsi, il faut attendre que la microfissuration soit plus développée pour qu'elle ait un effet sensible sur ce paramètre.

Par ailleurs, et de manière cohérente avec les résultats précédents et les résultats expérimentaux, il apparaît que la dégradation des propriétés mécaniques est plus importante avec des fractions volumiques d'inclusions croissantes.



**Figure IV.26 : évolutions des modules statiques relatifs en fonction de l'expansion mésoscopique de la matrice cimentaire – cas des matériaux formulés avec les inclusions de diamètres moyens de 2800  $\mu\text{m}$  et 510  $\mu\text{m}$**

D'autres quantités d'intérêt peuvent être simulées de la même façon. C'est notamment le cas sur le plan mécanique au travers des résistances mais également en considérant des transferts de masse (perméabilité à l'eau, perméabilité apparente au gaz).

## IV.6. Conclusion

Ce chapitre avait pour objectif d'évaluer l'impact des inclusions granulaires sur le gonflement par RSI. Pour cela, nous avons réalisé des essais de gonflement libre sur des matériaux formulés par des mélanges de pâte de ciment et d'inclusions de type calcaire de granulométries connues. Les résultats obtenus ont montré que la taille et la fraction volumique des inclusions sont d'une grande importance sur la cinétique et l'amplitude du gonflement. Les expansions observées sont d'autant plus rapides et plus importantes que la taille moyenne et le taux volumique des granulats sont importants. De plus, nos résultats ont montré, contrairement à plusieurs études réalisées dans la littérature, que des gonflements importants peuvent se développer dans des matériaux cimentaires à base de granulats calcaires. Cependant, les suivis des modules dynamiques des matériaux atteints de gonflements ont montré un faible endommagement qui peut être dû au fait que les interfaces pâte-granulats calcaires présentent une bonne caractéristique mécanique.



Les observations microscopiques au MEB témoignent que la présence de dépôts d'ettringite aux interfaces pâte-granulats est à l'origine de gonflements rapides et importants. Nous avons également réalisé une caractérisation quantitative de la fissuration par la méthode des sécantes orientées du logiciel « PICTURE ». Les matériaux se caractérisent à l'état initial par une fissuration très limitée. Après gonflement, la fissuration est nettement plus dense et plus dispersée. Enfin, les résultats d'une modélisation numérique du gonflement ont rejoint les résultats expérimentaux. Ceci confirme la nécessité de mettre en place un couplage entre des essais expérimentaux et une nécessaire modélisation pour permettre de prédire le comportement des structures face à cette pathologie.



## Conclusion générale et perspectives

La réaction sulfatique interne (RSI) est une pathologie qui peut avoir lieu dans les matériaux cimentaires qui subissent des élévations importantes de température au jeune âge, et après conservation dans des environnements humides pendant plusieurs années. L'analyse bibliographique du premier chapitre a mis en évidence que les mécanismes mis en jeu et les paramètres influents ne sont pas encore complètement identifiés.

L'objectif des travaux présentés dans ce mémoire de thèse consistait, d'une part à l'évaluation de la possibilité de développement d'une RSI dans les ouvrages nucléaires en prenant en compte les spécificités de ce domaine (présence de structures massives dans lesquelles un échauffement du béton au jeune âge peut être rencontré) et en se limitant au cas des enceintes de confinement et, d'autre part, au recensement de quelques paramètres influençant le phénomène qui ne sont pas parfaitement connus à ce jour : l'humidité relative environnante et le squelette granulaire. Nous nous sommes intéressés également à caractériser les effets du gonflement par RSI sur les propriétés du béton, notamment ses performances mécaniques et ses propriétés de transfert.

Dans une première partie, nous avons mené des simulations numériques afin de prédire les élévations de température durant les premières heures qui suivent le coulage du béton lors de la phase de construction du radier général d'une enceinte de confinement d'une centrale nucléaire. Les résultats obtenus ont montré que la température à cœur du radier, dans certaines levées, subit des élévations importantes au jeune âge par la combinaison de l'exothermie de l'hydratation du ciment et de faibles conditions d'échange thermiques. Ensuite, le traitement thermique issu de ce calcul numérique a fait l'objet d'une application expérimentale, et plusieurs campagnes d'essais ont été effectuées. Les élévations de températures appliquées ont été suffisantes pour déclencher une réaction sulfatique interne dans des bétons immergés dans l'eau. La valeur d'expansion observée témoigne un gonflement important (0,28% à l'âge de 740 jours pour une température maximale atteinte lors du traitement thermique de 70°C). De plus, une petite différence dans la température maximale atteinte lors de la cure thermique, dans le domaine 65-70°C, semble avoir des fortes conséquences sur l'amplitude et la cinétique des expansions. Par contre, des corps d'épreuve conservés sous revêtement n'ont fait état d'aucun gonflement. Toutefois, il se peut que cette absence de gonflement soit due à un effet de cinétique plutôt qu'une impossibilité de développer la réaction du fait de l'absence de la lixiviation des alcalins. Cette lixiviation conduit en effet à une chute de pH qui favorise la désorption des ions sulfates contenus dans les C-S-H, et ainsi la précipitation de l'ettringite.

Par ailleurs, il apparaît que le gonflement induit une augmentation significative de la perméabilité et une diminution importante de la résistance en compression du béton. L'analyse de l'effet du gonflement sur la structure poreuse du béton a permis de mettre en évidence une porosité inchangée, du fait d'un équilibre établi entre le remplissage de certains pores par l'ettringite formée et la création de nouvelles fissures. Ceci a été confirmé par des essais de porosimétrie au mercure qui ont montré également une accentuation locale du mode poreux principal autour de 65 nm. Le gonflement ne semble pas contribuer à une modification de la distribution de la taille des pores, et aucun décalage vers des pores de tailles différentes n'a été observé.

Une seconde campagne d'essais a été consacrée à l'étude du couplage qui existe entre les expansions par RSI et l'humidité relative environnante du béton. Pour cela, nous avons réalisé des essais sur des éprouvettes d'un béton de référence conservées dans des conditions d'humidité relative différentes. Nous avons confirmé que le déclenchement de la RSI dépend fortement de l'humidité relative. Des gonflements très importants sont observés dans des corps d'épreuve immergés dans l'eau ou conservés en hygrométrie saturée. Par contre, une conservation dans des atmosphères dont l'humidité relative est inférieure ou égale à 98% a conduit, contrairement à certains résultats dans la littérature [Graf, 2007], à l'absence de gonflement. Une lixiviation des alcalins plus importante dans le cas d'une immersion et d'une conservation sous HR de 100% que dans le cas d'une exposition à 98% d'HR a été mise en évidence, et peut expliquer la différence de gonflements observés. De plus, une humidification tardive de corps d'épreuve conservés initialement sous 91% d'HR, révèle un déclenchement du gonflement avec un temps de latence et une cinétique identiques au cas d'une humidification précoce appliquée après traitement thermique. Par ailleurs, la modification des propriétés de transfert des bétons atteints de RSI s'est révélée très significative. En effet, des augmentations très importantes de la perméabilité au gaz (d'un facteur d'environ 65) et de la porosité accessible à l'eau (d'environ 4%) sont notées. Une analyse comparative des évolutions dimensionnelles en fonction des évolutions massiques semblent indiquer que les gonflements sont des conséquences aussi bien des effets mécaniques que des effets chimiques.

Enfin, une dernière campagne d'essais avait pour objectif d'évaluer l'impact du squelette granulaire sur le gonflement par RSI. Différents matériaux formulés de mélanges de pâte de ciment et de granulats de type calcaire de différentes granulométries et fractions volumiques ont été caractérisés. À partir des résultats obtenus, nous avons constaté que les expansions sont d'autant plus rapides et plus importantes que la taille et la fraction volumique des inclusions sont importantes. Une caractérisation quantitative de la fissuration des matériaux par la méthode des sécantes orientées a permis de mettre en évidence une fissuration très

limitée à l'état initial. Après gonflement, la fissuration est nettement plus dense et moins orientée. Enfin, le rôle du squelette granulaire a été également mis en évidence en réalisant une modélisation numérique à l'échelle mésoscopique des conséquences mécaniques du gonflement. Les résultats numériques rejoignent qualitativement les résultats expérimentaux.

Les travaux menés dans le cadre de cette thèse ont abouti à une meilleure connaissance des mécanismes responsables de la RSI. Toutefois, plusieurs perspectives sont encore à envisager.

Il serait intéressant de poursuivre le programme expérimental concernant l'étude de l'effet de l'humidité environnante, afin de vérifier si des gonflements se déclencheront dans les bétons qui ne présentent pas actuellement d'expansion significative (pour HR inférieure à 98%). Par ailleurs, il serait également particulièrement utile d'effectuer une étude visant à identifier l'impact d'un gradient d'humidité dans les matériaux sur les gonflements par RSI. Une telle étude est d'autant plus importante qu'elle serait représentative du cas réel des structures. Ce gradient d'humidité relative peut avoir un impact sur la migration des alcalins et donc sur la précipitation de l'ettringite.

La forte dépendance de la RSI au squelette granulaire a été confirmée. Toutefois, même si nous avons montré que la taille et la fraction volumique des inclusions sont d'une grande importance, la compréhension de cet effet demande des efforts supplémentaires, notamment au niveau de la modélisation numérique. Une amélioration de la modélisation des gonflements dus à la formation d'ettringite, en particulier en réalisant un couplage chimico-mécanique, permettrait d'améliorer la compréhension des mécanismes responsables de ce phénomène. Elle pourrait également servir à simuler le comportement des structures à long terme. Par ailleurs, il pourrait se révéler intéressant d'envisager des essais avec des granulats siliceux afin de vérifier si l'effet de la granulométrie sur les gonflements par RSI est identique à celui observé pour les granulats calcaires.

Enfin, il paraît intéressant de réaliser des études dans le but de rechercher des corrélations entre les expansions d'un matériau atteint de RSI, et des grandeurs mesurées à l'aide de techniques non destructives, comme le cas de la résistivité électrique. L'existence de techniques facilement réalisable *in situ* permettrait dans ce cas de mieux suivre l'endommagement de cas réels d'ouvrages atteints de RSI.



## Références bibliographiques

**AFGC** (2004), Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages – Indicateurs de durabilité

**AFPC-AFREM** (1997), Durabilité des bétons « Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité », Toulouse

**Attigbo E.K., Wells J.-H.** (1990), Evaluation of Duggan concrete core expansion test. Research report, Canadian National Railways & Transport Institute, University of Manitoba

**Aubert J.-E., Escadeillas G., Leklou N.** (2009), Expansion of five-year-old mortars attributable to DEF : Relevance of the laboratory studies on DEF?, Construction and Building Materials 23, 3583–3585

**Baghdadi N.** (2008), Modélisation du couplage chimico-mécanique d'un béton atteint d'une réaction sulfatique interne, thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées

**Baghdadi N., Seignol J.-F., Toutlemonde F.** (2008), Chemo-mechanical model describing the expansion due to internal sulfate attack: numerical simulation, International RILEM symposium CONMOD'08, Delft, The Netherlands

**Balonis M., Glasser F.-P.** (2009), The density of cement phases, Cement and Concrete Research 39, 733–739

**Barbarulo R.** (2002), Comportement des matériaux cimentaires : actions des sulfates et de la température, thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan - Université de Laval

**Baroghel-Bouny V.** (1994), Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, analyse, interprétations, thèse de doctorat, ENPC

**Benboudjema F., Torrenti J.-M.** (2008), Early-age behavior of concrete nuclear containments, Nuclear Engineering and Design, 238:2495-506

**Benkemoun N.** (2010), Contribution aux approches multi-échelles séquencées pour la modélisation numérique des matériaux à matrice cimentaire, thèse de doctorat de l'école normale supérieure de Cachan

**Boenig A., Fúnez L.-M., Memberg L., Roche J., Tinkey B., Klingner R.-E., Fowler T.-J.** (2009), Structural assessment of bridges with premature concrete deterioration due to expansive reactions, *ACI Structural Journal*, 106(2), 196-204

**Briffaut M., Benboudjema F., Torrenti J.-M., Nahas G.** (2011), Numerical analysis of the thermal active restrained shrinkage ring test to study the early age behaviour of massive concrete structures, *Engineering structures* 33, 1390-1401

**Brunetaud X.** (2005), Etude de l'influence de différents paramètres et de leurs interactions sur la cinétique et l'amplitude de la réaction sulfatique interne au béton, thèse de doctorat, Ecole Centrale des Arts et Manufactures « Ecole Centrale Paris »

**Cast3m** (2009), Commissariat à l'Energie Atomique CEA-DEN/DM2S/SEMT. Cast3m finite element code. Available at <http://www.cast3m.cea.fr/>

**Choinska M.** (2006), Effet de la température, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure, thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes

**Colleparidi M.** (1997), A Holistic Approach to concrete Damage Induced by Delayed Ettringite Formation. Fifth CANMET/ACI international Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete, Rome, Italia

**Colleparidi M.** (1999), Damage by Delayed Ettringite Formation, *Concrete International*, p. 69-74

**Colliat J.-B., Pavoine A., Divet L., Torrenti J.-M., Nahas G.** (2011), A Nonlinear meso-macro approach to modelling Delayed Ettringite Formation and concrete degradation, preprint submitted to *Materials and structures*

**CSA A23.4.** (2000), Precast Concrete – Materials and Construction / Code for Architectural and Structural Precast Concrete Products, CSA International



**Day R.-L.** (1992), The Effect of Secondary Ettringite Formation on the Durability of Concrete: A Literature Analysis, Portland Cement Association, 115p

**De Larrard F.** (2000), Structures granulaires et formulation des bétons, Ouvrages d'art OA 34, Études et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées

**Diamond S.** (1996), Delayed Ettringite Formation - Processes and Problems. Cement and Concrete Composites, Vol. 18, n° 3, p 205-215

**Diamond S.** (2000), The relevance of laboratory studies on delayed ettringite formation to DEF in field concretes, Cement and Concrete Research, 30, 1987-1991

**Diamond S.** (2004), Delayed ettringite formation – A current assessment, Internal Sulfate Attack and Delayed Ettringite Formation, Proceedings of the International RILEM TC 186-ISA Workshop. PRO 35

**Divet L., Randriambololona R.** (1998), Delayed ettringite formation: the effect of temperature and basicity on the interaction of sulphate and C-S-H Phase, Cement and Concrete Research, 28(3), 357-363

**Divet L., Guerrier F., Le Mestre G.** (1998), Existe-t-il un risque d'attaque sulfatique endogène dans les pièces en béton de grande masse ? Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 213 : 59-72

**Divet L.** (2001), Les réactions sulfatiques internes au béton : contribution à l'étude des mécanismes de la formation différée de l'ettringite, thèse de doctorat, Conservatoire National des Arts et Métiers

**Divet L.** (2002), Comment se prémunir des réactions sulfatiques dans le béton? Point sur les normes actuelles et quelques recommandations. Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées – Réf 4447 – PP. 87-94

**Divet L., Pavoine A.** (2002), Delayed ettringite formation in massive concrete structures: an account of some studies of degraded bridges, International RILEM TC 186-ISA workshop on Internal Sulfate Attack and Delayed Ettringite Formation, Villars, Switzerland, 98-126

**Divet L., Pavoine A., Clément J.-L., Le Mestre G.** (2003), La réaction de gonflement interne des bétons due à la formation différée de l'ettringite. Méthodes de diagnostic et bilan d'expertises, Annales du bâtiment et des travaux publics, n° 4

**Duggan C.-R., Scott J.-F.** (1986), Potential new test for alkali aggregate reactivity. Proc. of the 7th. Conf. on alkali-aggregate reactions, Ottawa, Canada

**Escadeillas G., Aubert J.-E., Maximiliano S., William P.** (2007), Some factors affecting delayed ettringite formation in heat-cured mortars. Cement and Concrete Research, Vol.37, p. 1445-1452

**Famy C.** (1999), Expansion of Heat-Cured Mortars. Thesis Department of Materials. London, Royal School of Mines, Imperial College of Sciences, Technology and Medicine

**Famy C., Scrivener K.-L., Atkinson A., Brough A. R.** (2001), Influence of the storage conditions on the dimensional changes of heat-cured mortars. Cement and Concrete Research, Vol. 31, n° 5, p. 795-803

**Famy C., Taylor H.F.W.** (2001), Ettringite in hydration of Portland cement concrete and its occurrence in mature concretes, ACI Materials Journal, 98, 350-356

**Fintel M.** (1974), Handbook of Concrete Engineering, Van Norstrand Reinhold, New York, 156-157

**Fu Y., Xie P., Gu P., Beaudoin J.-J.** (1994), Significance of Pre-Existing Cracks on Nucleation of Secondary Ettringite in Steam Cured Cement Paste, Cement and Concrete Research, Vol. 24, n° 6, p. 1015-1024

**Fu Y., Gu P., Xie P., Beaudoin J.-J.,** (1995), A kinetic study of DEF in hydrated Portland cement paste, Cement and Concrete Research, 25(1), 63-70

**Fu Y.** (1996), Delayed Ettringite Formation in Portland Cement Products. Thèse de doctorat, CNRC, Ottawa, Canada

**Fu Y., Jian Ding, et Beaudoin J.-J.** (1997), Expansion of Portland cement mortar due to internal sulfate attack, Cement and Concrete Research

**Garboczi E.-J., Bentz D.-P.** (1996), Modelling of the microstructure and transport properties of concrete. *Construction and Building Materials*, vol. 10, n° 5, p 293-300

**GCRC** (1989), German Committee for Reinforced Concrete, Recommendation on the Heat Treatment of Concrete, Deutscher Ausschuss für Stahlbeton, Deutsches Institut für Normung e.b. Bindehalle 216/218, D-1000 Berlin 15, p.13

**Gillot J.-E., Grabowski E.** (1990), Mechanism of expansion in rapid test method for alkali aggregate reaction, final progress report, Department of Civil Engineering, University of Calgary, Calgary, Canada

**Goodier J.-N.** (1933), Concentration of stress around spherical and cylindrical inclusions and flows, *Journal of Applied Mechanics*, Transactions ASME, V.55, pp. A-39 - A44

**Grabowski E., Czarnecki B., Gillott J.-E., Duggan C.-R., Scott J.-F.** (1992), Rapid test of concrete expansivity due to internal sulfate attack, *ACI Materials Journal*, 89, 469-480

**Graf L.** (2007), Effect of Relative Humidity on Expansion and Microstructure of Heat-Cured Mortars, RD139, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, 2007, 50 pages

**GrandDuBé.** (2007), Grandeurs associées à la durabilité des bétons. Presses de l'école nationale des Ponts et Chaussées (ENPC)

**Grattan-Bellew P.-E., Beaudoin J.-J., Vallee V.-G.** (1998), Effect of aggregate particle size and composition on expansion of mortar bars due to delayed ettringite formation. *Cement and Concrete Research*, Vol. 28, n°8, p. 1147-1156

**Hadley D.-W., Dolch W.-L., Diamond S.** (2000), On the occurrence of hollow-shell hydration grains in hydrated cement paste, *Cement and Concrete Research*, vol. 30, n° 1, p. 1-6

**Hearn N., Lok G.** (1998), Measurement of Permeability under Uniaxial Compression-A Test Method, *ACI Materials Journal* 95, 691-694

**Heinz D., Ludwig U.** (1987), Mechanism of Secondary ettringite Formation in Mortars and concretes subjected to heat treatment. *Concrete Durability*, Katherine and Bryant Mather, A.768b, ACI International, SP-100, Detroit

**Heinz D., Ludwig U., Rüdiger I.** (1989), Delayed ettringite formation in heat treated mortars and concretes Concrete Precasting Plant and Technology, Vol. 11: 56-61

**Heinz D., Kalde M., Ludwig U., Ruediger I.** (1999), Present State of Investigation on Damaging Late Ettringite Formation (DLEF) in Mortars and Concretes, in Ettringite the Sometimes Host of Destruction, ACI International, SP 177-1, p. 1-14

**Hime W.-G.** (1996), Delayed ettringite formation – a concern for precast concrete? PCI Journal, vol. 41, n°4, pp 26-30

**Hime W.-G., Marusin S.** (1999), Delayed ettringite formation: many questions and some answers, ACI SP-177 Ettringite – The sometimes host of destruction, 199-206

**Hobbs D.-W.** (1999), Expansion and cracking in concrete associated with delayed ettringite formation, ACI SP-177 Ettringite – The sometimes host of destruction, 159-181

**Hobbs D.-W.**(2001), Cracking of concrete attributed to delayed ettringite formation, Proceedings of the eleventh annual BCA/concrete society conference on higher education and the concrete industry, UMIST, Manchester, paper 6, pp. 51-60

**Ibrahimbegovic A., Melnyk S.** (2007), Embedded discontinuity finite element method for modeling of localized failure in heterogeneous materials with structured mesh: an alternative to extended finite element method, Computational Mechanics 40, 149-155

**International Critical Tables** (1926), Vol. 1, McGraw-Hill Book Co., New York, New York, USA

**Kelham S.** (1996), The Effect of Cement Composition and fineness on expansion associated with Delayed Ettringite, Cement and Concrete Composites, vol. 18, p. 171-179

**Kelham S.** (1999), The influence of cement composition on the volume stability of mortars, volume SP 177, chapter Ettringite – The sometimes host of destruction, p. 27-45. American Concrete Institute International, Farmington Hills, MI, USA, B. Erlin edition

**Kjelssen K.-O., Detwiler R.-J.** (1992), Reaction kinetics of Portland cement mortars hydrated at different temperatures, Cement and Concrete Research, 22, 112-120

**Klieger P.** (1958), Effect of mixing and curing temperatures on concrete strength, J. amer. Concr. Inst., 29, 12

**Kollek J.J.** (1989), The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method - a recommendation, Materials and Structures 225-230

**Kuzel H.-J., Meyer H.** (1993), Mechanism of ettringite and monosulphate formation in cement and concrete in presence of  $\text{CO}_3^{2-}$ , 15th International Conference on Cement Microscopy Association, Dallas, TX, 191-203

**Lane D.-S., Ozyildirim H.-C.** (1999), Evaluation of the Potential for internal sulfate attack through adaptation of ASTM C 342 and the Duggan test. Cement, Concrete, and Aggregates, Vol. 21, n° 1, pp. 43-58

**Larive C.** (1997), Apports combinés de l'expérimentation et de la modélisation à la compréhension de l'alcali-réaction et de ses effets mécaniques, thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées

**Lawrence C.-D.** (1995), Delayed ettringite formation: an issue? In Material Science of Concrete IV, pages 113-154. J. Skalny and S. Mindess, American Ceramic Society, Westerville, OH, USA

**Lawrence C.-D.** (1999), Long-term expansion of mortars and concretes, volume SP 177, chapter Ettringite the sometimes host of destruction, pages 105-123. American Concrete Institute International, Farmington Hills, MI, USA, B. Erlin edition

**Lawrence B.-L., Myers J., Carrasquillo R.** (1999), Premature concrete deterioration in Texas department of transportation precast element, Ettringite – The sometimes host of destruction, American concrete institute, vol SP 177, chapter 10, pp. 141-158

**LCPC** (2007), Recommandations pour la prévention des désordres dus à la réaction sulfatique interne, techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées

**LCPC** (2009), Maîtrise de la durabilité des ouvrages d'art en béton, Application de l'approche performantielle, Recommandations provisoires

**Leklou N.** (2008), Contribution à la connaissance de la réaction sulfatique interne, thèse de doctorat, Université Paul-Sabatier Toulouse III

**Lemaitre, J., Chaboche, J.-L.** (2004), Mécanique des matériaux solides, Dunod

**Lewis M.-C., Scrivener K.-L., Kelham S.** (1995), Heat curing and delayed ettringite formation, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., vol. 370, pp.67-76

**Martin R.-P.** (2010), Analyse sur structures modèles des effets mécaniques de la réaction sulfatique interne, thèse de doctorat, Université Paris-Est

**Mehta P.-K.** (1973), Mechanism of Expansion Associated with Ettringite Formation, Cement and Concrete Research, Vol. 3, p. 1-6

**Meland I., Justnes H., Lindgård J.** (1997), Durability problems related to delayed ettringite formation and/or alkali aggregate reaction, 10th International Congress on the Chemistry of Cement, Gothenburg, Sweden, 4

**Méthode d'essai des lpc n°66** (2007), Réactivité d'un béton vis-à-vis d'une réaction sulfatique interne. Essai de performance, techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, LCPC

**Méthodes d'essai des lpc n°67** (2009), Réaction sulfatique interne. Essai d'expansion résiduelle sur carotte de béton extraite de l'ouvrage. Techniques et méthodes des laboratoires des ponts et chaussées, LCPC

**Meziani H., Skoczylas F.** (1999), An experimental study of the mechanical behavior of a mortar and of its permeability under deviatoric loading, Materials and Structures 32, 403-409

**Mielenz R.-C., Marusin S.-L., Hime W.-G., Jugovic Z.-T.** (1995), Investigation of prestressed concrete railway tie distress, Concrete International, vol. 17, n° 12, pp. 62-68

**Moliard J.-M., Belin P.** (2006), Présentation du logiciel PICTURE et d'une nouvelle fonction : quantification de fissures – Durabilité du béton armé et de ses constituants : maîtrise et approche performantielle – synthèse de l'opération de recherche – Actes des journées « Durabilité 2006 : méthodes d'essais et applications » – Méthodes d'essais

**Multon S., Toutlemonde F.** (2006), Effect of applied stresses on alkali-silica reaction induced expansions, *Cement and Concrete Research*, 36(5), 912-920

**NF EN 12390-3** (2003), Essai pour béton durci – résistance à la compression des éprouvettes

**NF EN 14146** (2004), Méthodes d'essai pour pierres naturelles. - Détermination du module d'élasticité dynamique (par la mesure de la fréquence de résonance fondamentale)

**NF P18-400** (1981), Norme homologuée française - Bétons - Moules pour éprouvettes cylindriques et prismatiques

**NF P18-422** (1981), Norme homologuée française - Bétons - Mise en place par aiguille vibrante

**NF P18-459** (2010), Norme homologuée française - Bétons – Essai pour béton durci – Essai de porosité et de masse volumique

**NF EN 13230-1**, Applications ferroviaires – Voie – Traverses et supports en béton

**NF EN 13369**, Règles communes pour les produits préfabriqués en béton

**NF EN 197-1/A1**, Ciment – Partie 1 : Composition, spécifications et critère de conformité des ciments courants

**Nonat A.** (2008), L'hydratation des ciments, *La Durabilité des bétons, Bases scientifiques pour la formulation de bétons durables dans leur environnement*, Presse de l'école nationale des ponts et chaussées

**Oberholster R.-E., Maree H., Brand J.-H.-B.** (1992), Cracked prestressed concrete railway sleepers: alkali-silica reaction or delayed ettringite formation, *Proceedings of the 9<sup>th</sup> international conference on alkali-silica reaction in concrete*, London, Concrete society publication, CS104, vol. 17, n°12, pp. 739-749

**O'Brien F.-E.-M.** (1948), The Control of Humidity by Saturated Salt Solutions, *Journal of Scientific Instruments*, Vol. 25, page 73

**Odler I., Chen Y.** (1995), Effect of cement composition on the expansion of heat-cured cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 25(4): 853-862

**Ollivier J.-P., Grandet J., Thenoz B.** (1982), Laboratoire de génie civil INSA, UPS Bull. Minéral, vol. 105, pp. 267-272

**Ouyang C., Nanni A., Chang W.-F.** (1988), Internal and external sources of sulfate ions in Portland cement mortar: two types of chemical attack. *Cement and Concrete Research*, Vol. 18, n°5, p. 699-709

**Ozol M.-A., Strand W.** (2000), Delayed ettringite formation at Brewer Stadium, Boone, North Carolina, *Cement concrete and aggregates*, vol. n° 22, n° 1, pp. 24-34

**Pavoine A.** (2003), Evaluation du potentiel de réactivité des bétons vis-à-vis de la formation différée de l'ettringite, thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI

**Pavoine A., Divet L., Fenouillet S.** (2006), A concrete performance test for delayed ettringite formation : part I. Optimisation, *Cement and Concrete Research*, 36, 2138–2143

**Pavoine A., Divet L., Fenouillet S.** (2006), A concrete performance test for delayed ettringite formation : Part II validation, *Cement and Concrete Research*, 36, 2144–2151

**Petrov N.** (2003), Effets combinés de différents facteurs sur l'expansion des bétons causée par la formation différée de l'ettringite, thèse de doctorat, Université de Sherbrooke, Canada

**Petrov N., Tagnit-Hamou A.** (2004), Is microcracking really a precursor to delayed ettringite formation and consequent expansion? *ACI Materials Journal*, Vol. 101, n° 6, p. 442-447

**Picandet V.** (2001), Influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité et sur la diffusivité hydrique des bétons, Thèse de Doctorat, Université de Nantes

**Poyet S.** (2003), Etude de la dégradation des ouvrages en béton atteints par la réaction alcali-silice : approche expérimentale et modélisation numérique multi-échelles des dégradations dans un environnement hydro-chemo-mécanique variable, thèse de Doctorat, Université de Marne-La-Vallée, Paris, 237 p



**Poyet S., Sellier A., Capra B., Foray G., Torrenti J.-M., Cognon H., Bourdarot E.,** (2007), Chemical modeling of alkali silica reaction: influence of the reactive aggregate size distribution, *Materials and Structures*, 40, 229-239

**Poyet S., Torrenti J.-M.** (2010), Caractérisation de la variabilité des performances de bétons. Application à la durabilité des structures, *Annales du bâtiment et des travaux publics*, n°2-3

**Ramlochan T., Zacarias P., Thomas M.-D.-A., Hooton R.-D.** (2003), The effect of pozzolans and slag on the expansion of mortars cured at elevated temperature: Part I : Expansive behavior. *Cement and Concrete Research*, Vol. 33, n°6, p. 807-814

**Sahu S., Thaulow N.** (2004), Delayed ettringite formation in Swedish concrete railroad ties. *Cement and Concrete Research*, Vol. 34, n°9, p. 1675-1681

**Santos Silva A., Soares D., Matos L., Salta M., Divet L., Pavoine A., Candeias A., Mirão J.** (2010), Influence of mineral additions in the inhibition of Delayed Ettringite Formation in cement based materials – a microstructural characterization, *Materials Science Forum Vols. 636-637* pp 1272-1279

**Scrivener K.-L., Lewis M.-C.** (1999), Effect of Heat Curing on Expansion of Mortars and Composition of Calcium Silicate Hydrate Gel, Ettringite the Sometimes Host of Destruction, *ACI International*, SP 177-1, p. 93-104

**Shayan A., Quick G.-W.** (1992), Microscopic features of cracked and uncracked concrete railway sleepers, *ACI Materials*, vol. 89, n°4, pp. 384-361

**Shink M.** (2003), Compatibilité élastique, comportement mécanique et optimisation des bétons de granulats légers, thèse de doctorat, Université Laval, Québec

**Skoczylas F.** (1999), Variations de la perméabilité et comportement sous chargement déviatorique, dans la dégradation des bétons, couplage fissuration-dégradation chimique, Edition Hermès

**Stark J., Bollmann K.-L.** (1992), Investigation into Delayed Ettringite Formation in Concrete, *Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cement*, New Delhi, India, Vol. V, p. 348-354

**Sugiyama T., Bremner T.-W., Holm T.-A.** (1996), Effect of Stress on Gas Permeability in Concrete, *ACI Materials Journal* 93, 443-450

**Tailhan J.-L.** (2008), Coll. LCPC/IRSN Fluage en traction des bétons et mesure de perméabilité sous charge – Rapport finale d'étude», document interne LCPC

**Taylor H.-F.-W.** (1993), Sulfate Reactions in Concrete – Microstructural and Chemical Aspects, *Cement Technology*, Vol. 40, p. 61-78

**Taylor H.-F.-W.** (1997), *Cement Chemistry*, 2e edition, Thomas Telford Publishing, London (UK), p 459

**Taylor H.-F.-W., Famy C., Scrivener K.-L.** (2001), Delayed ettringite formation in heat cured Portland cement mortars. *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, p. 683-693

**Tepponen P., Erikson B.-E.** (1987), Damagers in concrete railway sleepers in Finland, *Nordic Concrete Research*, n°6, pp. 199-209

**Torrenti J.-M., Buffo-Lacarrière L.** (2010), On the variability of temperature fields in massive concrete structures at early age, 2nd International Symposium on Service Life Design for Infrastructures, Delft

**Ulm F.-J., Coussy O.** (1998), Couplings in early-age concrete: from material modeling to structural design, *Int. J. Solids Struct.* 35 (31/32), 4295–4311

**Vitouva L.** (1991), Concrete sleepers in CSD tracks, International symposium on precast concrete railway sleepers, Madrid, pp. 253-264

**Waller V.** (2000), Relations entre composition des bétons, exothermie en cours de prise et résistance en compression, Collection Etudes et Recherches des laboratoires des Ponts et Chaussées – série Ouvrages d'Art OA35 – LCPC

**Wang K., Jansen D.-C., Shah S.-P., Karr A.-F.** (1997), Permeability study of cracked concrete, *Cement and Concrete Research* 27, 381-393

**Wexler A., Hasegawa S.** (1954), Relative Humidity-Temperature Relationships of Some Saturated Salt Solutions in the Temperature Range 0°C to 50°C, Journal of Research of the National Bureau of Standards, Vol. 53, No.1, pages 19 to 21

**Yang R., Lawrence C.-D., Sharp J.-H.** (1996), Delayed ettringite formation in 4-year old cement pastes, Cement and Concrete Research, 26(11), 1649-1659

**Yang R., Lawrence C.-D., Sharp J.-H.** (1999), Effect of type of aggregate on delayed ettringite formation, Advances in Cement Research, Vol. 11, No 3: 119-132

**Yang R., Lawrence C.-D., Lynsae C.-J., et Sharp J.-H.** (1999), Delayed ettringite formation in heat-cured Portland cement mortar. Cement and Concrete Research, 29, 17-25

**Young, J.-F.** (1967), Humidity Control in the Laboratory using Salt Solutions – A Review, Journal of Applied Chemistry, Vol. 17, pages 241 to 247

**Yssorche M.-P.** (1995), Microfissuration et durabilité des bétons à hautes performances, thèse de doctorat de l'Institut national des sciences appliquées, Toulouse

**Zhang Z., Olek J., Diamond S.** (2002), Studies on delayed ettringite formation in early-age, heat cured mortars I. Expansion measurements, changes in dynamic modulus of elasticity, and weight gains, Cement and Concrete Research, Vol. 32, n°11, p. 1729-1736

**Zhang Z., Olek J., Diamond S.** (2002), Studies on delayed ettringite formation in heat-cured mortars II. Characteristics of cement that may be susceptible to DEF. Cement and Concrete Research, Vol. 32, n°11, p. 1737-1742



# Annexe

## Caractéristiques des inclusions granulaires de calcaire



### Product information

Omya SAS  
35 Quai André Citroën  
F-75725 Paris Cedex 15

Tel +33 1 40 58 44 00  
Fax +33 1 40 58 44 38

www.omya.com

### Durcal® 15

SITE:	SALSES, France (certifié ISO 9001)		
DESCRIPTION DU PRODUIT:	Carbonate de calcium naturel en poudre, élaboré à partir d'un marbre blanc de grande pureté chimique.		
COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE:	CaCO <sub>3</sub>	98	%
	MgCO <sub>3</sub>	1.5	%
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.05	%
	Insolubles HCl	0.2	%
CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:	Granulométrie:		
	- Refus à 355 µm (ISO 787/7)	0.01	%
	- Refus à 100 µm (ISO 787/7)	1	%
	- Coupe granulométrique (d98%)	98	µm
	- Diamètre moyen des particules (d50%)	20	µm
	Blancheur:		
	- Blancheur CIE L*, a*, b* (DIN 6174)	98/08/3	
	Taux d'humidité départ usine (ISO 787/2)	0.3	%
CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:	Densité apparente tassée (ISO 787/11)	1.6	g/ml
	pH (ISO 787/9)	9	
	Prise d'huile (ISO 787/5)	12	g/100g
	Prise de DOP (ISO 787/5)	22	g/100g

#### APPLICATIONS PRINCIPALES:

- Peintures
  - Peintures émulsion
  - Peintures industrielles en poudre
- Finitions murales
  - Enduits à base d'émulsion ou minéraux
- Plastiques
  - PVC plastifié
  - Plastisols PVC
- Marbre reconstitué
- Bétons de résine
- Terrazzo

#### AUTRES APPLICATIONS:

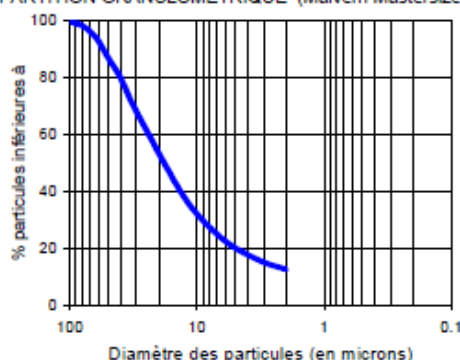
- Produits d'entretien
  - Poudres et crèmes à récurer

#### CONDITIONNEMENT STANDARD:

- VRAC
- SAC (papier) de 25 kg sur palette
- CONTENEUR SOUPLE sur palette

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

#### REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Malvern Mastersizer 2000):



édition : 24/11/2008  
CORP 6-PRODINFO - FRSL  
106400\_00\_F  
version : 009



## Product information

Omya SAS  
 35 Quai André Citroën  
 F-75725 Paris Cedex 15  
 Tel +33 1 40 58 44 00  
 Fax +33 1 40 58 44 38  
 www.omya.com

# Durcal® 65

SITE:	SALSES, France (certifié ISO 9001)	
DESCRIPTION DU PRODUIT:	Carbonate de calcium naturel et en poudre, élaboré à partir d'un marbre blanc de grande pureté chimique.	
COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE:	CaCO <sub>3</sub>	98 %
	MgCO <sub>3</sub>	1.5 %
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.05 %
	Insolubles HCl	0.2 %
CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:	Granulométrie:	
	· Refus à 355 µm (ISO 787/7)	0.2 %
	· Refus à 63 µm (ISO 787/7)	42 %
	· Coupe granulométrique (d98%)	180 µm
	· Diamètre moyen des particules (d50%)	45 µm
	Blancheur:	
	· Blancheur CIE L*, a*, b* (DIN 6174)	94/15/48
	Taux d'humidité départ usine (ISO 787/2)	0.3 %
CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:	Densité apparente tassée (ISO 787/11)	1.7 g/ml
	pH (ISO 787/9)	9

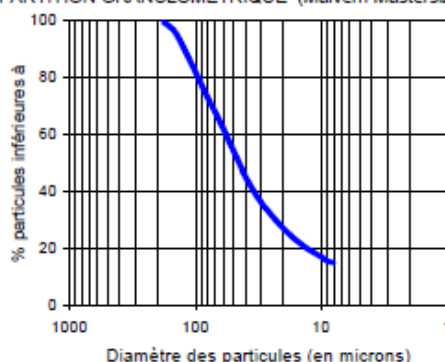
### APPLICATIONS PRINCIPALES:

Finitions murales  
 - Enduits à base d'émulsion ou minéraux  
 Marbre reconstitué  
 Bétons de résine  
 Terrazzo

### AUTRES APPLICATIONS:

Plastiques  
 - PVC plastifié / Plastisols PVC  
 • Revêtements de sols  
 Mortier  
 Revêtements de surface  
 Enduits de rebouchage  
 Produits d'entretien  
 - Poudres à récurer

### REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Malvern Mastersizer 2000):



### CONDITIONNEMENT STANDARD:

- VRAC
- SAC (papier) de 25 kg sur palette
- CONTENEUR SOUPLE sur palette

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 29/10/2010  
 CORP-PROINFO : FRSL  
 07000\_00\_F  
 version : 010



## Product information

Omya SAS  
35 Quai André Citroën  
F-75725 Paris Cedex 15

Tel +33 1 40 58 44 00  
Fax +33 1 40 58 44 38

www.omya.com

## Granicalcium® 0.35-0.7 - SL

SITE: SALSES, France (certifié ISO 9001)

DESCRIPTION DU PRODUIT: Carbonate de calcium naturel, plutôt granuleux, sans poussière, élaboré à partir d'un marbre blanc de grande pureté chimique.

COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE:	CaCO <sub>3</sub>	98	%
	MgCO <sub>3</sub>	1.5	%
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.05	%
	Insolubles HCl	0.2	%

CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:	Granulométrie:		
	- Refus à 1000 µm (ISO 787/7)	0.2	%
	- Refus à 250 µm (ISO 787/7)	95	%
	- Coupe granulométrique (d98%)	1000	µm
	- Diamètre moyen des particules (d50%)	510	µm
- Particules < 315 µm	5	%	

CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:	Densité apparente tassée (ISO 787/11)	1.6	g/ml
	pH (ISO 787/9)	8.5	

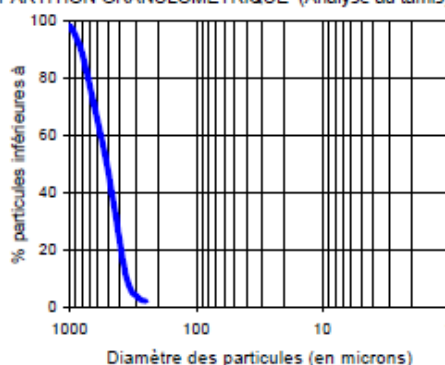
## APPLICATIONS PRINCIPALES:

Finitions murales  
- Enduits à base d'émulsion ou minéraux  
Marbre reconstitué  
Bétons de résine  
Terrazzo

## AUTRES APPLICATIONS:

Electrodes de soudure

## REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Analyse au tamis):



## CONDITIONNEMENT STANDARD:

- VRAC
- SAC (papier) de 25 kg sur palette
- CONTENEUR SOUPLE sur palette

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 15/09/2009  
CORP 6-PRODINFO : FRSL  
07800\_01\_F  
version : 008



## Product information

Omya SAS  
35 Quai André Citroën  
F-75725 Paris Cedex 15

Tel +33 1 40 58 44 00  
Fax +33 1 40 58 44 38

www.omya.com

## Granicalcium® 2-4 - EN

SITE: ENTRAINS, France

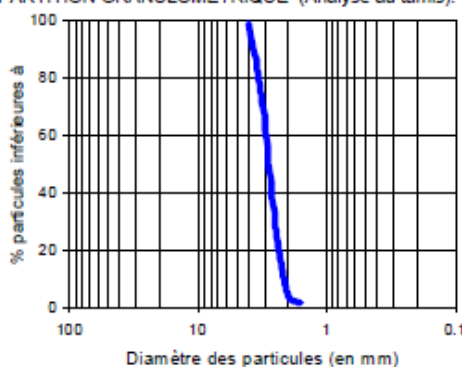
DESCRIPTION DU PRODUIT: Carbonate de calcium naturel élaboré à partir d'une calcite sélectionnée.

COMPOSITION TYPE DE LA ROCHE:	Carbonates totaux	99.0	%
	CaCO <sub>3</sub>	98.5	%
	MgCO <sub>3</sub>	0.5	%
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.09	%
	Insolubles HCl	0.3	%
CARACTERISTIQUES TYPES DU PRODUIT:	Granulométrie:		
	· Refus à 4 mm (ISO 787/7)	3	%
	· Refus à 2 mm (ISO 787/7)	96	%
	· Coupe granulométrique (d98%)	4	mm
	· Diamètre moyen des particules (d50%)	2.8	mm
	Taux d'humidité départ usine (ISO 787/2)	0.2	%
CARACTERISTIQUES GENERALES DU PRODUIT:	Densité apparente tassée (ISO 787/11)	1.5	g/ml
	pH (ISO 787/9)	9.2	

### APPLICATIONS PRINCIPALES:

Bétons  
Enduits

### REPARTITION GRANULOMETRIQUE (Analyse au tamis):



### CONDITIONNEMENT STANDARD:

- VRAC

Les informations contenues dans cette fiche technique ne concernent que le matériel spécifique mentionné et ne concernent pas l'utilisation conjointement avec tout autre matériel ou dans tout procédé. Les informations fournies dans le présent document se basent sur des données techniques qui, à la connaissance de Omya, sont fiables, toutefois Omya ne fournit aucune garantie de complétude ou d'exactitude de ces informations, et Omya n'assume aucune responsabilité résultant de leur utilisation ou vis-à-vis de toutes réclamations, pertes ou dommages subis par une tierce partie. Toute personne recevant ces informations doit exercer son jugement propre en ce qui concerne leur utilisation appropriée et il incombe à l'utilisateur d'évaluer si le matériel convient (y compris en matière de sécurité) pour un usage particulier avant d'en faire usage.

édition : 29/09/2010  
CORP 6-PRODINFO : FREN  
IS3501\_05\_F  
version : 002