

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Abbès Laghrou Khenchela
Département de Génie Civil



Thèse de doctorat en Génie Civil

Présentée par:

ZAIDI Narimane

Master en Génie Civil de l'Université Larbi Ben M'Hidi

Intitulée :

Etude comparative de béton ordinaire à base de deux types de ciments travaillant dans les milieux agressifs

Soutenue publiquement le 07/07/2019 devant le jury composé de :

Président	Mr.LAHBARI Nouredine	Professeur	Univ-Batna2
Directeur de Thèse	Mr. ZEDIRA Hamma	Professeur	Univ-Khenchela
Co-directeur de Thèse	Mr. Bezzazi Boudjema	Professeur	Univ-Boumerdes
Examineur	Mr. ACHOURA Djamel	Professeur	Univ-Annaba
Examineur	Mr. TALAH Aissa	M.C.A	Univ-USTHB

Khenchla2019

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

١٤٣٨

Remerciements

Je remercie mon directeur de thèse, Monsieur Zedira Hamma, professeur à l'Université Abbas Laghrou de Khenchla, pour m'avoir guidé et conseillé, supporté durant toute la durée de la préparation de ma thèse. Et je tiens également à remercier le personnel administratif de l'université de Khenchla.

J'exprime ma reconnaissance à mon co-directeur de thèse, Monsieur Bezzazi Boudjema, Professeur à l'Unité Recherche Matériaux, Procédés et Environnement, université M'Hamed Bougara, Boumerdès qui m'ont proposé ce thème de recherche, m'ont beaucoup guidé et aidé lors de mes déplacements répétés. Son soutien aussi bien scientifique que moral m'a été d'une aide considérable.

Je tiens également à remercier, Monsieur LAHBARI Noureddine l'Université de Batna, qui a accepté de présider mon jury de thèse et Messieurs ACHOURA Djamel de l'Université d'Annaba, TALAH Aissa de l'Université USTHB d'Alger, qui ont accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Ce travail a été réalisé au laboratoire du Centre de Recherche et de développement Lafarge HOLCIM d'Alger dirigé par Monsieur Tewfik Khechai, que je remercie de m'avoir accueilli pour la réalisation de la plus grande partie de mon travail, Je voudrais aussi exprimer ma gratitude envers tous les membres de laboratoire Messieurs (Sofiane Louahche, Abdelkader Djahl, Farid Abdelkader, Zeroub Hamid, Lounas Hamadache, Abdelmalek, Samir, Abderrahmane, Amir, Mustapha et Amel).

Je remercie vivement Monsieur Talah Aissa, Docteur au Laboratoire bâti dans l'environnement, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumedienne, Alger pour m'avoir intégré dans son laboratoire de recherche et m'avoir permis d'entamer cette thèse et de la mener à terme dans les meilleures conditions. Je ne saurai le remercier assez pour sa contribution dans ce travail et le temps qu'il m'a consacré.

De plus, je tiens à remercier plus particulièrement Monsieur Joao Castro Gomes, Professeur au centre des matériaux et des technologies du bâtiment UBI (c-made), université de Beira Interior, Portugal, de m'avoir accueilli pour la réalisation d'une

partie des essais de mon travail et de m'avoir soutenu. Ainsi que toute son équipe, Madame Filipa Nave et Monsieur Jorge De Brito, pour leur bon accueil et leur aide lors de mon séjour.

Je tiens à remercier mes collègues, précisément Docteur Mohammed Amin Benbouras de m'avoir aidé et guidé.

Que toutes celles et tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à ces travaux de recherche, trouvent ici le témoignage de ma plus sincère gratitude.

*à mon très cher grand père, qui m'a tant donné, que Dieu l'accueille dans son vaste
Paradis ;
à mes chers parents et ma grand-mère ;
à mon cher frère et mes chères sœurs ;
à mon très cher mari ;
à mes amies et tous mes proches.
Sans leur amour et leur soutien, je n'aurai jamais eu la force et le courage d'arriver
jusque là.*

Résumé

Le béton subit souvent d'importantes modifications dans les environnements de sulfates, qui ont souvent des effets négatifs importants sur ses propriétés.

Le travail présenté est une contribution scientifique pour la compréhension de l'influence de type de ciment sur le comportement mécanique et la durabilité des bétons vis-a-vis l'attaque sulfatique externe. Nous avons fait cette étude pour voir si nous pouvons substituer le ciment utilisé auparavant qui est le CEMII fabriqué par la cimenterie LAFARGE Algérie (Meftah) par le nouveau ciment fabriqué par le groupe GICA (cimenterie de Ain Touta) qui est le CEMI, d'après le groupe ce ciment est équivalent au CRS, dans le cas des bétons ordinaires exposant dans les milieux sulfatiques.

Pour cela, on a fait une étude comparative entre deux types de bétons ordinaires à base de ces deux types de ciments (CPJ-CEM II-42.5, CRS-CEM I-42.5) travaillants dans les milieux agressifs (dans une solution dosée à 5% de CaSO_4) pendant 365 jours à une température ambiante. Cette étude englobe : la résistance à la compression et à la traction par flexion, la perméabilité à l'oxygène, la perméabilité aux ions chlore, la variation de masse, la porosimétrie par intrusion de mercure, l'analyse thermogravimétrique (ATG) des bétons, et une analyse thermogravimétrique et thermodifférentielle (ATD-ATG) des pâtes de ciment.

Après étude et expérimentation le ciment CEMI a donné des meilleurs résultats (voir résultats dans la thèse) et nous proposons pour substituer le ciment CEMII dans les expositions sulphatiques.

Mot clés : Durabilité, béton, attaque sulfatique externe, type de ciment, indicateur de durabilité, étude microscopique.

Abstract

Concrete often undergoes significant modifications in sulphate environments, which often significant negative effects on its properties.

This work presents a scientific contribution to understanding the influence of cement type on the mechanical behavior and durability of concretes towards to external sulphate attack. The aim of this research is to see whether it is possible to substitute the cement used previously which is the CEMII 42.5 manufactured by the cement plant LAFARGE Algeria (Meftah) by the new cement manufactured by the group GICA (cement plant of Ain Touta) which is the CEMI 42.5, alleged as equivalent to cement sulphate resistant (CRS) in the case of ordinary concretes exhibiting in sulphate environment. After study and experimentation, CEMI 42.5

cement gave better results (see results in the article) and it is proposed to substitute CEMII 42.5 cement in sulphate exposures.

For that, a comparative study was made between two types of ordinary concrete based on two types of cement (CPJ-CEM II-42.5, CRS-CEM I-42.5) working in aggressive medium (in a solution dosed at 5 % CaSO₄) for 365 days at room temperature. This study includes: compressive and flexural traction strength, oxygen permeability, chlorine ion permeability, mass variation, mercury intrusion porosimetry, thermogravimetric analysis (TGA) of concretes, and thermogravimetric and thermodifferential analysis (ATD-ATG) of cement pastes.

After study and experimentation the cement CEMI gave better results (see results in the thesis) and we propose to substitute the cement CEMII in the sulphatic exposures.

Key words: Durability, concrete, external sulphate attack, cement type, durability indicator, microscopic study.

ملخص

تخضع الخرسانة في كثير من الأحيان إلى تعديلات كبيرة في البيئات الكبريتية، والتي غالباً ما يكون لها آثار سلبية كبيرة على خواصه.

يتمثل هذا العمل في مساهمة علمية لفهم تأثير نوع الأسمنت على السلوك الميكانيكي والمتانة للخرسانة فيما يتعلق بهجوم الكبريتات الخارجية. لقد أجرينا هذه الدراسة لمعرفة إذا ما كان يمكننا استبدال الأسمنت المستخدم سابقاً وهو CEMII الذي تم تصنيعه بواسطة مصنع الأسمنت لافارج الجزائر (مفتاح) بواسطة الأسمنت الجديد الذي تم تصنيعه بواسطة مجموعة جيكا (مصنع الأسمنت عين التوتة) وهو CEMI، والذي يعد بعد المجموعة معادلاً لـ CRS، في حالة الخرسانات العادية الموضوعة في وسط الكبريتات.

من أجل ذلك، أجريت دراسة مقارنة بين نوعين من الخرسانة العادية بناءً على هذين النوعين من الأسمنت (CPJ-CEMII 42.5, CRS-CEMI) الذين يعملون في وسط عدواني (في محلول 5% CaSO₄) لمدة 365 يوماً في درجة حرارة الغرفة. تشمل هذه الدراسة: مقاومة الضغط وشد الانحناء، نفاذية الأكسجين، نفاذية أيون الكلور، تباين الكتلة، قياس المسامية بالزئبق، التحليل الحراري للخرسانة، والتحليل الحراري والأفقي الحراري لمعاجين الأسمنت. بعد الدراسة والتجربة، أعطى الأسمنت CRS نتائج أفضل (انظر النتائج في الأطروحة)، ونقترح استبدال الأسمنت CEMII في التعرض للكبريتات الخارجية.

الكلمات المفتاحية: الديمومة، الخرسانة، هجوم الكبريتات الخارجية، نوع الاسمنت، مؤشر الديمومة، الدراسة المجهرية.

Sommaire

Sommaire

Table des figures

Table des tableaux

Glossaire

INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre I Synthèse bibliographique	5
I.1. Généralités sur les bétons	6
I.1.1. Structure initiale	6
I.1.2. Constituants d'un béton ordinaire	7
I.1.2.1. Le Ciment	7
I.1.2.2. Les Granulats	8
I.1.2.3. L'eau	8
I.1.2.4. Les superplastifiants	9
I.1.3. Hydratation et microstructure de la pâte de ciment	9
I.1.3.1. Processus d'hydratation	10
I.1.3.2. Microstructure des pâtes de ciment	11
I.1.4. Microstructure des bétons	13
I.1.4.1. L'interface Pâte/Granulat ou Auréole de transition	14
I.1.4.2. L'eau dans le béton	15
I.1.5. Evolution des propriétés des constituants d'un béton à haute température	16
I.1.5.1. Modification de la pâte de ciment	16
I.1.5.2. Evolution des granulats	17
I.1.5.3. Dégradation de l'interface pâte-granulats	18
I.1.6. La perméabilité des bétons	19
I.1.6.1. Définition	19
I.1.6.2. Loi de Darcy	19
I.1.6.3. Perméabilité intrinsèque	20
I.1.7. La pénétration des chlorures	22
I.1.7.1. Définition	22
I.1.7.2. La pénétration des ions chlorures dans le béton	22
A. Les chlorures libres	22
B. Les chlorures dits "fixés"	23
I.1.7.3. Effet de la nature du ciment sur la fixation des ions chlorure	23
I.2. Durabilité des bétons	24
I.2.1. Introduction	24
I.2.2. Béton et développement durable	25
I.2.3. La durabilité des bétons selon la norme NF EN 206-1	26
I.2.4. Les classes d'exposition	27
I.2.5. Durabilité des bétons vis-à-vis des environnements chimiquement agressifs	29
I.2.5.1. Attaque par eaux naturelles	29
I.2.5.2. Attaque par les sulfates	30
A. Les sources externes	30
B. Les sources internes	31
I.2.5.3. Attaque par les acides	32
I.2.5.4. Attaque par les sels/chlorures	32

I.2.6. Indicateurs de durabilité	33
I.2.6.1. Définition des indicateurs de durabilité	33
I.2.6.2. Indicateurs de durabilité généraux sélectionnés	34
I.2.6.3. Indicateurs de durabilité spécifique.....	34
I.2.6.4. Indicateurs de substitution	34
I.2.7. Paramètres influant la durabilité des bétons en Algérie	35
I.3. Attaque sulfatique externe.....	36
I.3.1. Historique sur les attaques sulfatiques externes.....	37
I.3.2. Les origines des sulfates.....	37
I.3.2.1. Les sols	37
I.3.2.2. Les eaux souterraines	38
I.3.2.3. L'eau de mer	39
I.3.2.4. La pollution atmosphérique	39
I.3.2. Les mécanismes de dégradation par les sulfates.....	39
I.3.2.1. L'action chimique des sulfates	40
I.3.2.2. L'ettringite	41
I.3.2.3. Le gypse	43
I.3.2.4. La thaumasite	43
I.3.3. Les processus de dégradation	44
Chapitre II Programme expérimental.....	46
II.1. Introduction	47
II.2. Matériaux utilisés.....	47
II.2.1. Ciments.....	47
II.2.2. Granulats.....	48
II.2.2.1. Les caractéristiques géométriques.....	49
II.2.2.2. Les caractéristiques physico-chimiques.....	50
II.2.2.3. Les caractéristiques mécaniques.....	50
II.2.3. Eau de gâchage.....	51
II.2.4. Adjuvants	52
II.3. Composition des matériaux.....	52
II.3.1. Pâte de ciment	52
II.3.2. Béton	52
II.3.2.1. Formulation des bétons	52
II.3.2.2. Confection des échantillons	53
II.3.2.3. Mode de conservation des échantillons	55
II.4. Outils expérimentaux.....	56
II.4.1. Mesure des résistances.....	56
II.4.2. La perméabilité à l'oxygène	58
II.4.3. La perméabilité aux ions chlorures.....	59
II.4.4. Variation de masse.....	61
II.4.5. Porosimétrie par intrusion de mercure (MIP).....	62
II.4.3. Analyse thermogravimétrique (ATG).....	64
II.4.4. Analyse thermogravimétrique (ATG) et thermodifférentielle (ATD).....	65
II.5. Conclusion	66
Chapitre III résultats des indicateurs de la durabilité	67

Introduction	68
III.1. La résistance à la compression	68
III.1.1. Dans l'eau de robinet.....	69
III.1.2. Dans l'eau séléniteuse.....	70
III.2. La résistance en flexion	71
III.2.1. Dans l'eau de robinet.....	72
III.2.2. Dans l'eau séléniteuse.....	73
III.3. Perméabilité à l'oxygène	74
III.3.1. La perméabilité apparente	74
III.3.1.1. Dans l'eau de robinet.....	75
III.3.1.2. Dans l'eau séléniteuse.....	76
III.3.2. La perméabilité intrinsèque	78
III.3.2.1. Dans l'eau de robinet.....	78
III.3.2.2. Dans l'eau séléniteuse.....	79
III.4. Perméabilité aux ions chlore	80
III.4.1. La charge passée.....	81
III.4.2. L'intensité du courant.....	82
III.4.3. La résistivité calculée.....	83
III.4.4. Evolution de la température dans les solutions NaOH et NaCl à 365 jours.....	83
III.5. La variation de masse	85
III.6. Examen visuel	87
Conclusion.....	87
Chapitre IV Resultat de l'étude microscopique.....	89
IV.1. Introduction.....	90
IV.1. Analyse thermique de la pâte de ciment (ATD ATG)	90
IV.1.1. Courbes d'ATD des pâtes exposées à l'eau de robinet	90
IV.1.2. Courbes d'ATD des pâtes exposées à l'eau séléniteuse	91
IV.1.3. Courbes d'ATG des pâtes exposées à l'eau de robinet	93
IV.1.4. Courbes d'ATG des pâtes exposées à l'eau séléniteuse	94
IV.2. Analyses thermodifférentielles des bétons ATG	95
IV.3. Porosimétrie au mercure.....	98
IV.3.1. La porosité totale des bétons exposés à l'eau de robinet	99
IV.3.2. La porosité totale des bétons exposés à l'eau séléniteuse	99
IV.3.3. La distribution des pores des bétons exposés à l'eau de robinet	100
IV.3.4. La distribution des pores des bétons exposés à l'eau séléniteuse	101
IV.4. Conclusion et perspectives.....	102
Conclusion générale et perspectives	103
Références bibliographiques	107

Table des figures

Figure I-1 : Exemple de microstructure d'une pâte de ciment ordinaire hydratée (MEB).....	11
Figure I-2 : Image obtenue au MEB d'un gel de CSH de morphologie alvéolaire	12
Figure I.3. Exemple de microstructure d'une pâte ordinaire à 120 jours (MEB)	12
Figure I.4. Exemple de microstructure d'une pâte ordinaire à 2 ans (MEB)	12
Figure I-5 : ATG d'une pâte de ciment soumise à de hautes températures.....	16
Figure I-6 : Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment Portland au cours d'un traitement thermique.....	17
Figure I-7 : Déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats.....	18
Figure I-8 : Concept de la perméabilité d'un milieu poreux selon.....	20
Figure I-9 : Résultats obtenu à partir de mesures expérimentales pour un béton ordinaire.....	21
Figure I-10 : Schématisation de la pénétration des ions chlorure dans un béton	22
Figure I-11 : Isothermes de fixation du chlore sur deux mortiers.....	24
Figure I-12 : Schéma du développement durable : à la confluence de trois préoccupations, « les trois paliers du développement durable ».....	26
Figure I-13 : Schéma illustratif de l'attaque des acides sur les bétons	32
Figure I-14 : Quelques échantillons de roches gypseuses existantes dans les sols.....	38
Figure I-15 : Localisation des régions selon le degré d'agressivité de leur milieu souterrain	38
Figure I-16 : Origine de la pollution de l'atmosphère, exemple d'une cimenterie.....	39
Figure I-17: Schéma simplifié des processus de détérioration du béton intervenant lors des attaques sulfatiques (DEP : Dégradation en Eau Pure, ASSO : Attaque au Sulfate de Sodium Na ₂ SO ₄).....	40
Figure I.18 : Cristallisation du gypse pendant l'attaque des sulfates	43
Figure II-1 : Ciments utilisés.....	48
Figure II-2 : Granulats utilisés (Lafarge HOLCIM).....	49
Figure II-3 Courbe granulométrique des granulats utilisés.....	49
Figure II-4 : Préparation de la pâte de ciment.....	52
Figure II-5 : Malaxeur à béton (Lafarge HOLCIM).....	53
Figure II-6 : Éprouvettes cylindriques évidés (15x30cm).....	54
Figure II-7 : Éprouvettes cubiques (15x15cm).....	54
Figure II-8 : Éprouvettes prismatiques (7x7x28cm).....	55
Figure II-9 : Éprouvettes cylindriques (5x10cm).....	55
Figure II-10 : Conservation des échantillons dans l'eau potable.....	56
Figure II-11 : Conservation des échantillons dans l'eau séléniteuse.....	56
Figure II-12 : Presse hydraulique mesure la compression (Lafarge HOLCIM).....	57
Figure II-13 : Presse hydraulique mesure la flexion 4 point (Lafarge HOLCIM).....	57
Figure II.14 : Dispositif de mesure de la perméabilité à l'oxygène – USTHB, Alger.....	58
Figure II-15 : Échantillon étudié.....	59
Figure II-16 : Dispositif de mesure de la perméabilité aux ions chlore – USTHB, Alger.....	60
Figure II-17 : Dispositif de mesure de la porosité au mercure (UBI-Portugal).....	63
Figure II-18 : Préparation de l'échantillon pour l'essai de MIP – UBI, Portugal.....	63
Figure II-19 : Dispositif utilisé pour l'analyse thermogravimétrique – UBI, Portugal.....	64
Figure II-20 : Préparation des échantillons pour l'ATG.....	65
Figure II-21: Dispositif ATD / ATG (URMPE M'hamed Bougara, Boumerdes).....	66

<i>Figure III-1 : Evolution de la résistance à la compression des bétons étudiés</i>	69
<i>Figure III-2 : Résistance à la compression des éprouvettes de béton conservées dans l'eau de robinet</i>	70
<i>Figure III-3 : Résistance à la compression des éprouvettes de béton conservées dans l'eau séléniteuse</i>	71
<i>Figure III-4 : Evolution de la résistance à la flexion des bétons étudiés</i>	72
<i>Figure III-5 : Résistance à la flexion des éprouvettes de béton conservées dans l'eau de robinet</i>	72
<i>Figure III-6 : Résistance à la flexion des éprouvettes de béton conservées dans l'eau séléniteuse</i>	73
<i>Figure III-7 : Évolution de la perméabilité apparente des bétons exposés dans les deux milieux</i>	75
<i>Figure III-8 : Perméabilité à l'oxygène des bétons BCEMII et BCRS exposés dans l'eau de robinet</i>	76
<i>Figure III.9. Perméabilité à l'oxygène des bétons BCEMII et BCRS exposés dans l'eau séléniteuse</i>	78
<i>Figure III-10 : Perméabilité intrinsèque des bétons BCEMII et BCRS exposés dans l'eau de robinet (a)</i>	79
<i>Figure III-11 : Perméabilité intrinsèque des bétons BCEMII et BCRS exposés dans l'eau séléniteuse (b)</i>	80
<i>Figure III-12 : Variation de la charge du courant des bétons en fonction du temps</i>	81
<i>Figure III-13 : Evolution de l'intensité du courant (mA) à travers les bétons conservés à 365 jours dans les deux milieux en fonction du temps</i>	82
<i>Figure III-14 : Résistivité électrique des bétons étudiés</i>	83
<i>Figure III-15 : Evolution de la température mesurée dans la solution NaOH à 365 jours</i>	84
<i>Figure III-16 : Evolution de la température mesurée dans la solution NaCl à 365 j</i>	85
<i>Figure III-17 : Variation de masse des cubes de béton immergés dans de l'eau du robinet</i> ...86	
<i>Figure III-18 : Variation de masse des cubes de béton immergés dans de l'eau séléniteuse</i> ...86	
<i>Figure III-19 : Echantillons des deux bétons, après 360 jours d'immersion dans l'eau séléniteuse</i>	87

<i>Figure IV-1 : Courbe d'ATD de pâte de ciment CEMI CRS exposé à l'eau de robinet</i>	91
<i>Figure IV-2 : Courbe d'ATD de pâte de ciment CEMII exposé à l'eau de robinet</i>	91
<i>Figure IV-3 : Courbe d'ATD de pâte de ciment CEMI CRS exposé à l'eau séléniteuse</i>	92
<i>Figure IV-4 : Courbe d'ATD de pâte de ciment CEMII exposé à l'eau séléniteuse</i>	93
<i>Figure IV-5 : Courbe d'ATG de pâte de ciment CEMI CRS exposé à l'eau de robinet</i>	93
<i>Figure IV-6 : Courbe d'ATG de pâte de ciment CEMII exposé à l'eau de robinet</i>	94
<i>Figure IV-7 : Courbe d'ATG de pâte de ciment CEM CRS exposé à l'eau séléniteuse</i>	95
<i>Figure IV-8 : Courbe d'ATG de pâte de ciment CEMII exposé à l'eau séléniteuse</i>	95
<i>Figure IV-9 : Courbe d'ATG de béton BCRS exposé à l'eau de robinet</i>	97
<i>Figure IV-10 : Courbe d'ATG de béton BCEMII exposé à l'eau de robinet</i>	97
<i>Figure IV-11 : Courbe d'ATG de béton BCRS exposé à l'eau séléniteuse</i>	98
<i>Figure IV-12 : Courbe d'ATG de béton BCEMII exposé à l'eau séléniteuse</i>	98
<i>Figure IV-13 : Porosité totale des bétons dans l'eau de robinet à 365 jours</i>	99
<i>Figure IV-14 : Porosité totale des bétons dans l'eau séléniteuse à 365 jours</i>	100
<i>Figure IV-15 : Distribution de la taille des pores des bétons dans l'eau de robinet à 365 jours</i>	100
<i>Figure IV-16 : Distribution de la taille des pores des bétons dans l'eau séléniteuse à 365 jours</i>	101

Table des tableaux

<i>Tableau I-1 : Classification des pores d'une pâte de ciment.....</i>	<i>13</i>
<i>Tableau I-2 : Analyse chimique des ciments de l'étude menée par FRANCY 52.....</i>	<i>23</i>
<i>Tableau I-3 : Valeurs limites applicables en France pour la composition et les propriétés du béton en fonction de la classe d'exposition (exemple pour les classes X0 et XC).....</i>	<i>27</i>
<i>Tableau I.4 : Types d'environnement influençant la corrosion des armatures</i>	<i>28</i>
<i>Tableau I.5 : Types d'environnement influençant l'alcali réaction.....</i>	<i>29</i>
<i>Tableau II.1 : Compositions chimiques des deux types de ciments.....</i>	<i>47</i>
<i>Tableau II-2 : Compositions minéralogiques des deux types de ciments.....</i>	<i>47</i>
<i>Tableau II-3 : Caractéristiques physiques des ciments utilisés.....</i>	<i>48</i>
<i>Tableau II-4 : Analyse chimique des granulats utilisés.....</i>	<i>50</i>
<i>Tableau II-5 : Propriétés physiques des granulats utilisés.....</i>	<i>51</i>
<i>Tableau II-6 : Propriétés physique et chimiques d'eau de robinet.....</i>	<i>51</i>
<i>Tableau II-7 : Les proportions de mélange (kg / m³).....</i>	<i>53</i>
<i>Tableau II-8 : Propriétés frais des bétons.....</i>	<i>53</i>
<i>Tableau II-9 : Pénétration des ions chlore basée sur la charge passante.....</i>	<i>61</i>
<i>Tableau III-1 : Résistance à la compression</i>	<i>68</i>
<i>Tableau III-2 : Résistance à la flexion</i>	<i>71</i>
<i>Tableau III-3 : La perméabilité apparente des bétons étudiés</i>	<i>74</i>
<i>Tableau III-4 : Les perméabilités intrinsèques des bétons étudiés.....</i>	<i>78</i>
<i>Tableau III-5 : Résultats de Q, R, ρ, et σ pour les bétons BCEMII</i>	<i>80</i>
<i>Tableau III-6 : Résultats de Q, R, ρ, et σ pour les bétons BCRS.....</i>	<i>81</i>
<i>Tableau III-7 : Pénétration des ions chlore basée sur la charge passante.....</i>	<i>81</i>
<i>Tableau III-8 : Résultats de l'intensité du courant (mA) à travers les bétons conservés à 365 j dans les deux milieux.....</i>	<i>82</i>
<i>Tableau III-9 : Résultats de la température mesurée dans la solution NaOH à 365 jours.....</i>	<i>84</i>
<i>Tableau III-10 : Résultats de la température mesurée dans la solution NaCl à 365 jours.....</i>	<i>85</i>

Glossaire

Notations cimentaires pour l'ensemble du document

A : Al_2O_3	C : CaO	S : SiO_2
F : Fe_2O_3	C : CO_2	S : SO_3
H : H_2O	M : MgO	K : K_2O
T : TiO_2	P : P_2O_5	N : Na_2O

Notation et Abréviation :

BO : Béton ordinaire

CPA CEMI CRS : ciment portland résistant aux sulfates de classe 42.5.

CPJ CEMII/A 42.5 : ciment portland composé optimal de classe 42.5.

CaO : Chaux libre

CaCO_3 : Carbonate de Calcium ou Calcaire

Ca(OH)_2 : Portlandite

CO_2 : Dioxyde de Carbone

C-S-H : Silicate de Calcium hydraté

CaSO_4 : le sulfate de calcium

E/C : Rapport massique Eau sur Ciment

FC : Fillers Calcaires

E : Module d'élasticité

C_2S : Silicate bicalcique

C_3A : Aluminate tricalcique

C_3S : Silicate tricalcique

R_c : Résistance mécanique moyenne à la compression

R_f : Résistance mécanique moyenne à la flexion

ATD : Analyse thermodifférentielle

ATG : Analyse thermogravimétrique

MIP : Porosimétrie par intrusion de mercure

K_i : Perméabilité intrinsèque

K_a : Perméabilité apparente

PCRS : Pâte de ciment à base de CEMI CRS

PCEMII : Pâte de ciment à base de CEMII

BCRS : Béton à base de CEMI CRS

BCEMII : Béton à base de CEMII

a: Eau de robinet

b : Eau séléniteuse

Q : La charge

R : La résistance

ρ : La résistivité

σ : La conductivité

I : intensité du courant

NaOH : hydroxyde de sodium

NaCl : chlorure de sodium

INTRODUCTION

GENERALE

Le but de cette partie est de présenter le contexte général de l'étude, à savoir un bref historique sur les bétons ordinaires à base des ciments utilisés dans cette recherche, l'étendue de leur durabilité dans les milieux agressifs ainsi que les avantages et les inconvénients de leur utilisation en Algérie.

Une présentation des grandes parties de ce travail de recherche exposera les différentes étapes développées tout le long de ce mémoire.

INTRODUCTION GENERALE

Dans le domaine du génie civil, Le comportement à long terme des structures en béton, armé ou précontraint, est à l'heure actuelle, au centre des préoccupations des constructeurs, car le béton évolue avec le temps et finit par se dégrader. En fonction de l'évolution prévue des besoins, est donc définie pour chaque ouvrage une durée de vie ou « durabilité ». Les gestionnaires d'ouvrages exigent des durées de vie de plus en plus longues avec un minimum d'entretien. Par exemple, les ponts, les tunnels, les réseaux d'assainissement ou le patrimoine bâti doivent avoir une longue durée de vie. Le niveau de risque doit donc être maîtrisé et les matériaux conçus en conséquence, en fonction des sollicitations mécaniques et environnementales.

Durant la conception du matériau et de la structure, les sollicitations mécaniques et environnementales doivent être prises en compte dans la conception du matériau et de la structure en béton.

Soumis à un ensemble d'efforts, le béton doit résister mécaniquement, sans souffrir de déformations excessives. D'autre part, il joue un rôle chimique de passivation des armatures, rôle dû à la composition de sa solution interstitielle. Les sollicitations environnementales peuvent intervenir à ces deux niveaux. En détruisant le matériau lui-même, un mécanisme de dégradation affecte directement l'intégrité et la capacité portante de la structure. Mais la pénétration de agents agressifs peut également modifier la composition de la solution interstitielle du béton et ne plus lui permettre d'assurer son rôle de protection des armatures, dont la corrosion va dégrader esthétiquement et mécaniquement l'ouvrage.

Parmi les actions susceptibles de provoquer des dégradations des structures de génie civil, l'attaque sulfatique externe. L'attaque sulfatique est associée à la précipitation de produits sulfatés secondaires, d'une expansion importante et de la détérioration chimio-mécanique (modifications des propriétés de transport de la porosité, fissures, perte de résistance et de

cohésion,...). La détérioration des propriétés mécaniques du béton, qu'elle soit évaluée visuellement, mise en évidence par une décroissance de la résistance du matériau ou encore par des mesures d'expansion volumique, est la conséquence des réactions chimiques et des modifications micro-structurales causées par l'attaque sulfatique.

La durabilité d'un ouvrage caractérise sa capacité à conserver dans les conditions prévues les fonctions d'usage pour lesquelles il a été conçu et à maintenir son niveau de fiabilité et son aspect, dans son environnement, avec des frais de maintenance et d'entretien aussi réduits que possible. La mauvaise durabilité des structures en béton est due aux multiples facteurs d'influence qui diffèrent selon le type d'ouvrage et son milieu environnant.

Les ciments ont un rôle essentiel dans le comportement des ouvrages en béton. Ils assurent une fonction mécanique, car ils lient le squelette granulaire, mais ils sont aussi en grande partie responsables de la tenue à long terme du matériau béton, si la qualité du liant évolue dans le temps. Généralement, les agressions chimiques sur le béton affectent d'abord la pâte de ciment, pour cela le choix de types de ciment est le facteur plus essentiel sur la durabilité des bétons exposés dans les milieux agressifs.

Nous avons fait cette étude pour voir si nous pouvons substituer le ciment utilisé auparavant qui est le CEMII fabriqué par la cimenterie LAFARGE Algérie (Meftah) par le nouveau ciment fabriqué par le groupe GICA (cimenterie de Ain Touta) qui est le CEMI, d'après le groupe ce ciment est équivalent au CRS, dans le cas des bétons ordinaires exposant dans les milieux sulfatiques.

Pour cela, notre travail de recherche réalisé au cours de la préparation de cette thèse est présenté en quatre grandes parties :

La première partie de ce travail est consacrée à une étude bibliographique. Elle comporte des généralités et des définitions sur les bétons ordinaires, leurs constituants et leurs propriétés, ensuite un aperçu sur la durabilité des bétons et finalement sur l'attaque sulfatique externe.

La seconde partie du mémoire est consacrée à la caractérisation des matériaux utilisés, la confection et la caractérisation à l'état frais de bétons, la confection des échantillons et son mode de conservation, et un aperçu sur les différents outils expérimentaux auxquels doivent être testés ces bétons.

La troisième partie traite l'étude de la durabilité des bétons ordinaires à base de deux types de ciments (CPJ-CEM II-42.5, CRS-CEM I-42.5) confectionnés face à l'attaque sulfatique externe (dans une solution dosée à 5% de CaSO_4) pendant 365 jours à une température ambiante. Une étude macroscopique a été menée pour suivre les indicateurs macroscopiques de la durabilité pour tous les bétons. Cette étude englobe : l'évolution de la résistance à la compression et à la flexion des différents bétons, la mesure de la variation de la masse des échantillons, l'évolution de la perméabilité aux gaz et la perméabilité aux ions chlore des éprouvettes.

Une quatrième partie est consacrée aux analyses à l'échelle microscopique telle que l'analyse thermogravimétrique ou thermodifférentielle (ATD ATG) de différentes pâtes de ciments, la porosimétrie au mercure (MIP), l'analyse thermogravimétrique (ATG). Cette dernière étude apporte des informations complémentaires à l'étude macroscopique dans l'objectif d'étayer les discussions obtenues.

Enfin, une conclusion générale est dressée à partir des résultats obtenus dans les différents chapitres. Cette conclusion est complétée par des perspectives d'extension de ce travail.

Chapitre I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Le matériau sur lequel nous allons travailler dans le cadre de cette recherche est le béton.

Or, ce matériau est particulièrement complexe et évolutif. Il subit en effet de profondes transformations physico-chimiques et structurales dans les instants qui suivent leur préparation (réactions d'hydratation des constituants du ciment conduisant aux processus de "prise" et de "durcissement") et ces transformations se poursuivent, avec toutefois une cinétique décroissante au cours du temps, tout au long de leur vie (durabilité).

Il est donc indispensable de maîtriser parfaitement tous ces paramètres pour comprendre le comportement expérimental ou "in situ" du béton.

Nous allons commencer cette étude par une présentation du matériau béton et les différents constituants nécessaires à sa fabrication, les caractéristiques physico-chimiques, microstructurales et hydrauliques propres à ces bétons.

Aussi, dans une deuxième partie, nous allons faire le point des connaissances actuelles sur la durabilité des bétons vis-à-vis des environnements chimiquement agressifs.

Dans la troisième partie, nous nous pencherons aussi sur les recherches concernant l'attaque sulfatique externe des bétons comme thème de durabilité et les résultats déjà obtenus dans ce domaine.

I.1. Généralités sur les bétons

Le béton fait partie de notre cadre de vie. Il a mérité sa place par ses caractéristiques de résistance, ses propriétés en matière thermique, sa résistance au feu, son isolation phonique, sa durabilité, ainsi que par la diversité qu'il permet dans les formes, les teintes et les textures.

Le béton varie en fonction de la nature des granulats, des adjuvants, des traitements de surface, et peut ainsi s'adapter aux exigences de chaque réalisation, par ses performances et par son aspect [1].

Les bétons courants sont les plus utilisés, aussi bien dans le bâtiment qu'en travaux publics, et pour tous les types d'ouvrages quels qu'ils soient. Ils présentent une masse volumique de 2500 kg/m³ environ.

I.1.1. Structure initiale

Le béton est un matériau hétérogène constitué d'un mélange de granulats (sable et gravier), et d'une pâte, elle-même constituée à partir de ciment et d'eau (ciment hydraté). Cette structure complexe se décompose en une phase solide et une phase fluide (liquide et gazeuse).

I.1.2. Constituants d'un béton ordinaire

I.1.2.1. Le Ciment

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière minérale finement moulue qui, mélangée avec l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit à la suite du processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

Le durcissement de la pâte de ciment est principalement dû à l'hydratation des silicates de calcium.

Dans les ciments, les aluminates peuvent également intervenir dans le processus de durcissement. La somme des proportions de l'oxyde de calcium (CaO) et du dioxyde de silicium (SiO₂) réactifs doit être d'au moins 50 % en masse.

Le ciment est constitué principalement de clinker Portland (K) qui est un matériau hydraulique. Il est obtenu à partir de la cuisson à haute température, supérieure à 1450°C, d'un mélange approprié de calcaire et d'argile en proportion moyenne de 80% et 20% [2].

Les silicates et aluminates hydrauliques formés lors de cette cuisson (clinkérisation) sont :

- Le silicate tricalcique, 3CaO.SiO₂, que l'on écrit C₃S ;
- Le silicate bicalcique, 2CaO.SiO₂, que l'on écrit C₂S ;
- L'aluminate tricalcique, 3CaO.Al₂O₃, que l'on écrit C₃A ;
- L'aluminoferrite tetracalcique, 4CaO.Al₂O₃.Fe₂O₃, que l'on écrit C₄AF.

Suivant la carrière d'origine et les performances recherchées, le clinker est constitué de 62 % à 67 % de chaux combinée (CaO), de 19 % à 25 % de silice (SiO₂), de 2 % à 9 % d'alumine (Al₂O₃), et de 1% à 5 % d'oxyde de fer (Fe₂O₃).

Le ciment peut être constitué aussi de laitier de haut fourneau (S), de pouzzolane naturelle (Z), de cendres volantes siliceuses (V) ou calciques (W), de fumée de silice (D), de calcaire (L), de schistes calcinés (T), de constituants secondaires, de sulfate de calcium (gypse, hémihydrates, anhydrite) et d'additifs [3].

- **Le choix du type de ciment :** le choix du type de ciment et son dosage dépendent à la fois des performances recherchées (résistance mécanique, résistance aux agents agressifs) et de la nature des autres composants [1].

On peut rappeler quelques règles:

- Pour un béton courant, on utilise des ciments de type CEM I, CEM II, CEM III, CEM III/C, ou CEM V, alors que le ciment à maçonner et la chaux hydraulique sont réservés à la préparation de mortiers pour maçonneries.
 - Pour les bétons armés, la classe de résistance 32,5 est au minimum retenue.
 - Pour des travaux en ambiance agressive, on utilise des ciments pour travaux à la mer PM, norme NF P 15-317, ou des ciments pour travaux en eaux à haute teneur en sulfates ES, norme NF P 15-319.
 - Le ciment prompt naturel et le ciment d'aluminates de calcium fondu sont utilisés pour leur durcissement rapide (réparations, scellements), mais aussi pour leur résistance aux ambiances agressives.
 - La classe R est utilisée chaque fois que l'on cherche des résistances élevées au jeune âge : préfabrication avec cycle de démoulage court, bétonnage par temps froid.
 - Les ciments blancs se prêtent bien à la réalisation de bétons architectoniques. Ils peuvent être également teintés à l'aide de pigments minéraux.
- **Dosage en ciment** : le dosage en ciment dépend de plusieurs critères tels que le type de béton, la destination de l'ouvrage, la résistance requise, les actions environnementales auxquelles le béton est soumis. Le dosage n'est pas déterminé par un calcul théorique absolu, mais il résulte de l'application de règles dont la pertinence a pu être appréciée à l'usage et vérifiée expérimentalement.

I.1.2.2. Les Granulats

Les granulats sont définis comme l'ensemble de grains inertes compris entre 0 mm et 40 mm (sable, graviers et cailloux) dont l'origine peut être naturelle ou artificielle [4].

Nous distinguons les granulats roulés extraits de ballastières naturelles ou de rivières, et les granulats concassés, obtenus à partir des roches concassées exploitées en carrières.

Les granulats sont classés selon les dimensions des grains qui les constituent et la courbe granulométrique représente la distribution, en pourcentage, des poids des matériaux passants dans des tamis de dimensions normalisées.

Pour faciliter l'écoulement du mélange, la confection d'un bon béton ordinaire utilise généralement des granulats roulés de rivières et un apport de fines (par exemple des fillers calcaires) plus importants.

I.1.2.3. L'eau

L'eau de gâchage doit être propre et ne doit pas contenir de matière en suspension au-delà des tolérances réglementaires suivantes [5] :

- 2 g/l pour les bétons à haute résistance ;
- 5 g/l pour les bétons à faibles résistances.

L'eau de gâchage ne doit pas contenir des sels dissous au delà de :

- 15 g/l pour les bétons à haute résistance ;
- 30 g/l pour les bétons à faibles résistances.

I.1.2.4. Les superplastifiants

Les superplastifiants sont des produits organiques qui, ajoutés à de faibles proportions (de 0,2 à 2 % environ) au béton frais permettent d'en modifier les propriétés rhéologiques durant une période plus ou moins longue. Le béton est un matériau composite poreux constitué de ciment, de granulats et d'eau et ses propriétés mécaniques finales dépendent très étroitement de la quantité d'eau introduite lors du gâchage. L'utilisation de superplastifiants nous permet d'obtenir un béton très liquide pouvant être mis en place sans vibration ni ressuage ou ségrégation [6].

Les superplastifiants permettent de répondre à deux types d'applications, selon que l'utilisateur travaille dans le domaine de la préfabrication ou du béton prêt à l'emploi. Dans le premier cas, il aura besoin d'un béton qui acquiert des propriétés mécaniques importantes de façon très rapide afin de procéder au démoulage dans les délais les plus brefs et en même temps d'un béton assez fluide pour avoir une mise en place convenable dans les moules. Dans le deuxième type d'utilisation, le béton devra pouvoir être transporté sur des parcours plus ou moins longs et présenter de bonnes propriétés de mise en œuvre sur le site de construction sans que les performances mécaniques ne soient affectées [7].

Il apparaît donc que les bétons modernes doivent satisfaire à la fois aux exigences de résistance et de maniabilité. Il s'agit de deux caractéristiques apparemment inconciliables puisque sans l'ajout de superplastifiant, l'augmentation des résistances ne s'obtient qu'avec une réduction d'eau. Or, une réduction d'eau diminue la fluidité. Un gain de maniabilité ne peut être obtenu qu'en augmentant la quantité d'eau de gâchage et donc au détriment des résistances finales du matériau.

I.1.3. Hydratation et microstructure de la pâte de ciment

Les ciments sont des matériaux complexes, car ils sont polyphasiques, poreux, et évolutifs dans le temps. L'analyse de la microstructure des ciments est nécessaire pour comprendre

précisément ces matériaux et leurs comportements.

L'hydratation du ciment est l'ensemble des réactions chimiques qui se produisent entre le ciment et l'eau. Les silicates et aluminates qui se développent dans la phase d'hydratation, forment un gel cristallin qui marque le début du phénomène de "prise" [1]. L'hydratation se poursuit longtemps après la prise, ce qui constitue le durcissement [3].

Le développement et la multiplication de ces microcristaux au cours de la phase de "durcissement", qui peut durer plusieurs mois, expliquent l'augmentation des résistances mécaniques.

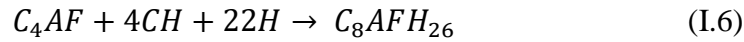
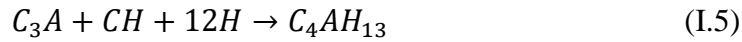
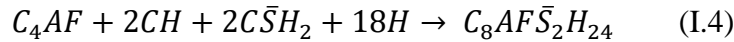
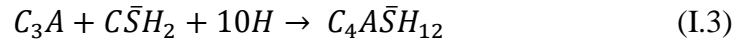
I.1.3.1. Processus d'hydratation

L'hydratation du ciment regroupe les réactions chimiques entre les constituants anhydres du ciment (C_2S , C_3S , C_3A , C_4AF) et l'eau. Ce processus donne naissance à des espèces appelées hydrates au sein de la pâte de ciment qui sont principalement la portlandite « CH », et les silicates de calcium hydraté « CSH », et crée ainsi sa configuration poreuse.

Les réactions d'hydratation sont assez différentes selon les réactifs considérés. Le mécanisme de ces réactions est généralement un mécanisme de dissolution/précipitation : lorsqu'un grain de ciment est dans l'eau, les composés anhydres passent en solution, et comme ils sont beaucoup plus solubles que les produits d'hydratation, ils saturent la solution, ce qui provoque une précipitation des hydrates, ce qui de nouveau provoque un passage des anhydres en solution. Les principales réactions d'hydratation (I.1) et (I.2) sont celles du C_3S et du C_2S .



D'autres réactions d'hydratation (I.3) et (I.4) se produisent pour le C_3A et le C_4AF . Le C_3A réagit avec le gypse CSH et l'eau pour donner de l'ettringite (trisulfatoaluminates de calcium hydraté ($C_4A\bar{S}H$)). Lorsque tout le gypse est consommé les réactions (I.3) et (I.4) sont remplacées par les réactions (I.5) et (I.6) [8]. A ce moment, la concentration en sulfates chute et l'ettringite va se dissoudre pour devenir la nouvelle source d'ions sulfates. Ceux-ci réagissent avec le C_3A pour former des monosulfoaluminates de calcium hydraté. Les réactions du C_4AF sont similaires à celles du C_3A en substituant les aluminates par des alumino-ferrites [9].



I.1.3.2. Microstructure des pâtes de ciment

La microstructure de la pâte de ciment étant très complexe, elle ne peut être analysée que sous microscope électronique à balayage MEB. La Figure I.1 montre des exemples de microstructure de pâtes de ciment observées au MEB. Sur l'image (b), la portlandite CH est présente en forte quantité ; elle se présente sous forme d'empilements massifs de cristaux (plaquettes) bien orientés, de couleur gris clair, que l'on distingue facilement parmi les zones du gel de CSH qui sont amorphes et denses.

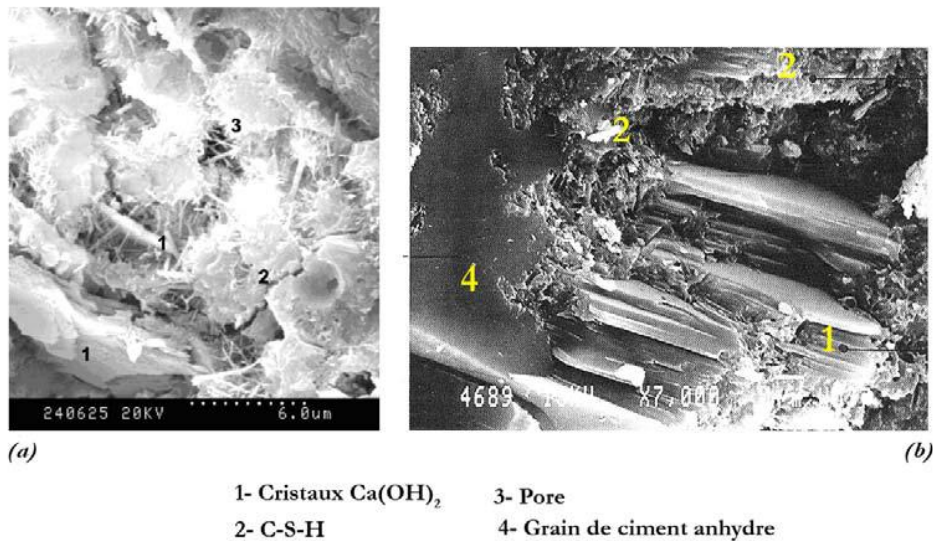


Figure I.1. Exemple de microstructure d'une pâte de ciment ordinaire hydratée (MEB) [10], [11]

Après 7 jours d'hydratation, on peut observer des faisceaux de plaquettes de CH dans la matrice avec de petites fibres de CSH qui enveloppent les grains anhydres du silicate de calcium [12].

Lorsque les hydrates se développent autour du grain de C_3S avec suffisamment d'espace disponible et des morphologies alvéolaires ou réticulées (Figure I.2), qui sont liées à la présence d'un excès d'eau au contact du grain initial [11].

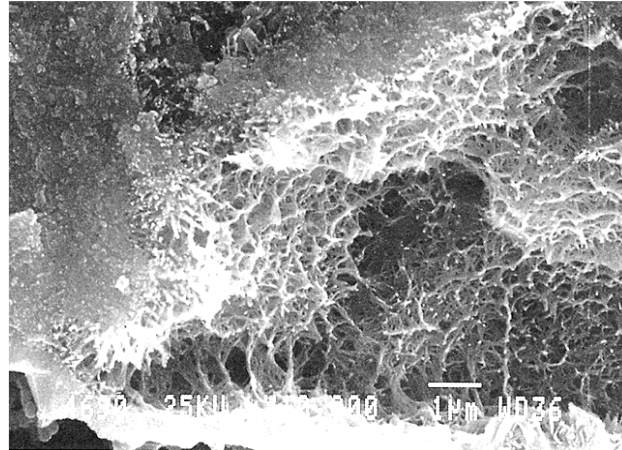


Figure I.2. Image obtenue au MEB d'un gel de CSH de morphologie alvéolaire [11]

A 120 jours, les observations constatent la formation d'espèces hydratées dans les pores. Dans le cas d'une pâte classique (ciment + eau), la microscopie indique que du mono-sulfo-aluminate de calcium hydraté se forme à l'intérieur du pore apparaissant sous une forme hexagonale de côtés mesurant entre 2 et 5 μm comme le montre la Figure I.3. Après environ 2 ans, le mono-sulfo-aluminate occupe presque la totalité de la surface du pore (Figure I.4) [13].

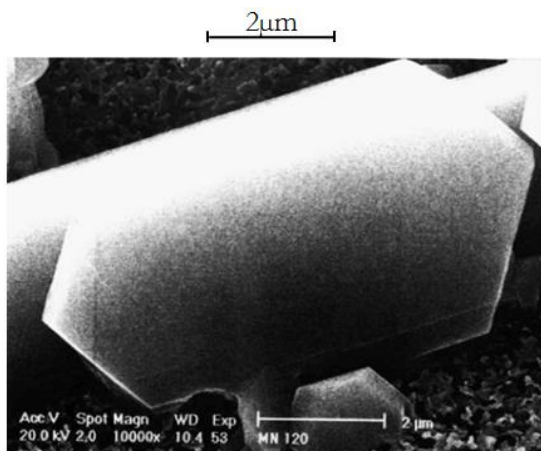


Figure I.3. Exemple de microstructure d'une pâte ordinaire à 120 jours (MEB) [13]

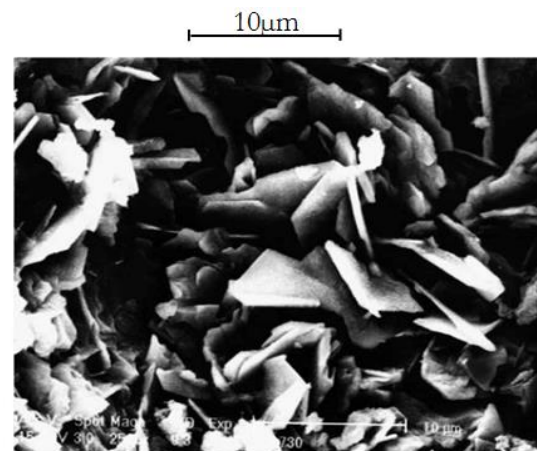


Figure I.4. Exemple de microstructure d'une pâte ordinaire à 2 ans (MEB) [13]

Le rapport eau/ciment joue un rôle très important dans la structure poreuse des pâtes de ciment, il définit les vides initiaux entre grains de ciment et l'avancement de l'hydratation du ciment utilisé.

La porosité résulte (les espaces remplis d'eau entre les particules de ciment) des pores de grand diamètre (environ 1 μm), et d'autres pores plus fins, de diamètre inférieur à 2 nm, qui sont les résidus inter lamellaires du gel CSH, le produit principal de l'hydratation de la pâte

de ciment [14].

Les pores forment un réseau interconnecté ; bien qu'à de faibles rapports eau/ciment, les raccordements deviennent, en grande partie, branchés par des produits d'hydratation. En raison de cette interconnexion, il n'est souvent pas possible de tracer les frontières d'un pore individuel isolé [14].

On distingue deux types de pores contiennent de l'eau dans la pâte de ciment. Le premier type est constitué de pores capillaires, dont le diamètre atteint 1 μm et qui contiennent de l'eau en conditions saturées, mais ils perdent leur eau au contact de l'air [15]. Ces pores, détectables par porosimétrie à mercure pour des matériaux à fort rapport E/C, sont les vestiges des espaces intergranulaires de la pâte de ciment fraîche, leur volume décroît au cours de l'hydratation [13]. Le second type comprend les pores de gel ou encore ceux des hydrates dont les dimensions sont de l'ordre du nanomètre ($< 2\text{nm}$) [15].

Les pores du gel de CSH sont classés de certaines modélisations [14] souvent citées dans la littérature :

- Les pores inter-cristallites (espace inter-lamellaires) situés entre les particules de gel.
- Les pores intra-cristallites (espace inter-feuillets). Dans ce dernier cas, il s'agit d'espaces de quelques angströms de largeur, situés à l'intérieur même des particules de gel.

Les pores les plus petits sont les plus difficiles à vider de leur eau, mais ils ont également la surface relative la plus grande et les efforts liés à la tension superficielle du ménisque de l'eau mobile génèrent un effondrement de certains [16].

Tableau I.1. Classification des pores d'une pâte de ciment [17]

Type de pores	Diamètre	Description
Bulles d'air	$\Phi > 10 \mu\text{m}$	Air entraîné
Pores capillaires	$0,05 \mu\text{m} < \phi \leq 10 \mu\text{m}$	Grands pores
	$0,01 \mu\text{m} < \phi \leq 0,05 \mu\text{m}$	(meso-macro) pores
Pores des hydrates (gel)	$0,0025 \mu\text{m} < \phi \leq 0,01 \mu\text{m}$	Micropores
	$0,5 \mu\text{m} < \phi \leq 2,5 \mu\text{m}$	
	$\Phi < 10 \mu\text{m}$	Interfeuillets

I.1.4. Microstructure des bétons

La microstructure du béton durci dépend à la fois de celle de la pâte de ciment et de la zone constituée de l'interface pâte/granulats.

I.1.4.1. L'interface Pâte/Granulat ou Auréole de transition

Au cours de l'hydratation du ciment, une liaison s'établit entre la pâte de ciment et les granulats qu'elle enrobe, dépend essentiellement de la nature des deux phases en présence, de la teneur en ciment de la pâte de ciment et des conditions de conservation. Ainsi, on observe une zone de pâte hydratée particulière autour des granulats appelée auréole de transition et notée ITZ (Interfacial Transition Zone). Cette ITZ est pauvre en particules de ciment puisqu'elle présente un rapport E/C plus élevé que le reste de la pâte, elle a donc une porosité sensiblement plus élevée que celle de la pâte en bloc [18].

L'hydratation de l'ITZ peut être représentée par une diffusion des ions issus de la dissolution des composants anhydres du ciment. L'hydratation débute suivant le mécanisme Le Chatelier, puis les espèces dissoutes dont la mobilité est la plus grande (Na^+ , K^+ , SO_4^{2-} , $\text{Al}(\text{OH})_4^{2-}$, Ca^{2+}) diffusent rapidement sous l'effet d'un gradient de concentration (i.e. de la pâte vers l'ITZ). La mobilité des ions silicates étant plus faible, ceux-ci diffusent plus lentement vers l'ITZ [19]. Scrivener et Pratt [20] ont montré que l'ITZ présente une concentration en portlandite (CH) plus élevée que celle des CSH. Cela est dû à la faible mobilité des silicates qui sont à l'origine de la formation des CSH. Le profil de concentration de l'ettringite est similaire à celui de la portlandite [21]. La formation de ces deux hydrates dans l'ITZ se fait dans les premières étapes de l'hydratation à partir des ions les plus mobiles [19].

L'épaisseur de l'ITZ augmente avec le diamètre du granulat et avec le rapport E/C, avoisinant les 30 μm mais reste dans tous les cas inférieure à 50 μm [22], [23], [24].

L'auréole de transition dépend aussi de la nature et de la porosité des granulats qu'elle entoure.

Dans le cas de granulats très peu poreux, l'ITZ se caractérise par :

- Une première couche au contact, très compacte et de texture très fine, intimement liée au granulat par des liaisons de type physique et peut-être de type chimique suite à une dissolution superficielle du granulat [19].
- Une deuxième couche caractérisée par rapport à la matrice cimentaire par une porosité plus grande (taille de pores de 1,5 à 3 μm), des produits d'hydratation mieux cristallisés et orientés, moins de grains de ciment anhydre.

Le dépôt d'hydrates, sur la surface lisse d'un granulat siliceux, qui est très peu poreux, est

composé d'une couche de CH d'épaisseur 10 à 20 μm (fines plaquettes hexagonales empilées et orientées perpendiculairement à l'interface), de fibres de CSH et éventuellement de sulfoaluminates de calcium. Ce dépôt est faiblement lié au granulat et s'en détache facilement. La liaison entre pâte et granulat se fait donc par l'intermédiaire d'une zone de plus faible cohésion et par conséquent de moindre résistance mécanique que la matrice (présence de cristaux de grandes dimensions facilement clivables et zone de forte porosité).

Dans le cas de granulats très poreux, l'ITZ existe mais l'on n'observe ni zone de moindre cohésion, ni orientation préférentielle des cristaux. Ainsi, avec des granulats calcaires, la formation d'hydrates de monocarbo-aluminates de calcium à l'interface pâte-granulat, engendre une résistance élevée et une perméabilité faible, malgré la porosité des granulats. Par contre, si le granulat contient des constituants solubles dans l'eau et nuisibles à l'hydratation du ciment, la diffusion dans la pâte des ions correspondants peut retarder l'hydratation, voire même l'arrêter [11].

I.1.4.2. L'eau dans le béton

La présence d'eau joue un rôle essentiel dans le comportement du béton, non seulement sur le plan mécanique (résistance, retrait de dessiccation et fissuration induite dus à l'évaporation de l'eau des pores...), mais aussi sur celui de la durabilité ; elle peut être le vecteur d'agents agressifs provenant de l'extérieur au matériau, transitant par le réseau poreux ou le réseau de fissuration à travers la matrice poreuse.

- **L'eau chimiquement liée :** l'eau chimiquement liée est l'eau qui a été consommée au cours des réactions d'hydratation du ciment et qui est désormais combinée avec d'autres composants dans les hydrates [3].
- **L'eau adsorbée :** l'eau adsorbée comprend l'eau liée par liaison hydrogène aux hydroxyles des hydrates et l'eau de solvation des cations situés à la surface du solide [3].
- **L'eau capillaire :** l'eau capillaire est constituée de la phase condensée remplissant le volume poreux au-delà de la couche adsorbée et séparée de la phase gazeuse par des ménisques [3].
- **L'eau libre :** l'eau libre est constituée de la phase condensée qui n'est plus dans le champ d'influence des forces superficielles et qui est en équilibre avec la phase gazeuse par l'intermédiaire d'une interface plane [3].

I.1.5. Evolution des propriétés des constituants d'un béton à haute température

L'exposition du béton à une température élevée provoque des modifications physico-chimiques que subissent ses composants (la matrice cimentaire et les granulats).

Pour bien comprendre le comportement de béton à haute température, il est nécessaire de connaître les principales modifications physico-chimiques.

L'interface pâte-granulats est plus ou moins affectée selon la nature du ciment et des granulats.

I.1.5.1. Modification de la pâte de ciment

Une analyse thermogravimétrique et thermodifférentielle met en avant les transformations physico-chimiques qui se produisent suite à l'élévation de la température (figure I.5). Ces modifications sont représentées par des pics sur les thermographes. Ces essais aident à analyser les différentes étapes et les modifications qui se produisent au sein du béton.

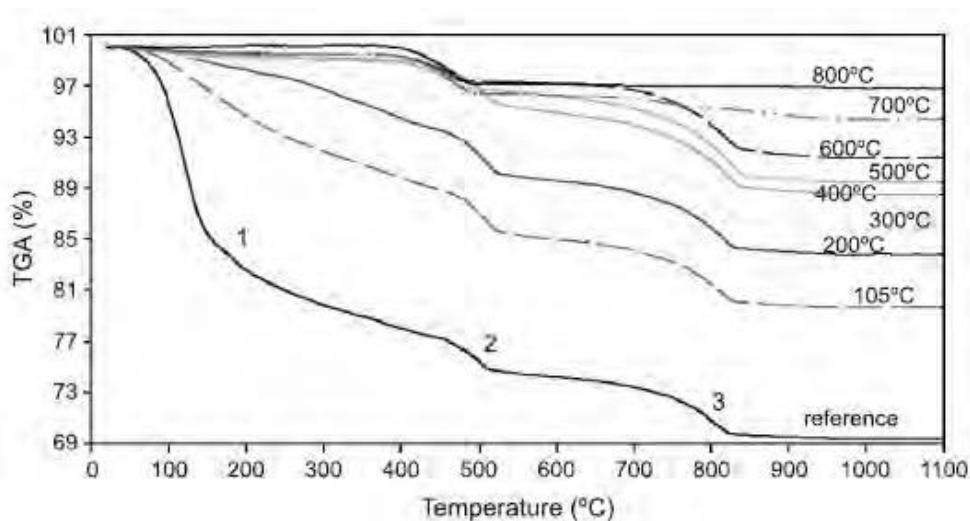
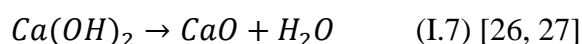


Figure I.5. ATG d'une pâte de ciment soumise à de hautes températures [25]

Nous observons trois stades importants :

- 1^{er} perte de masse : Avant 100°C - Cette perte correspond au départ de l'eau libre [26].
- 2^{ème} perte de masse : 450°C - Décomposition de l'hydroxyde de calcium (CH) en chaux libre et eau suivant la réaction :



- 3^{ème} perte de masse : 700°C - Décomposition de CaCO_3 qui résulte de la présence de calcaire dans la pâte testée :

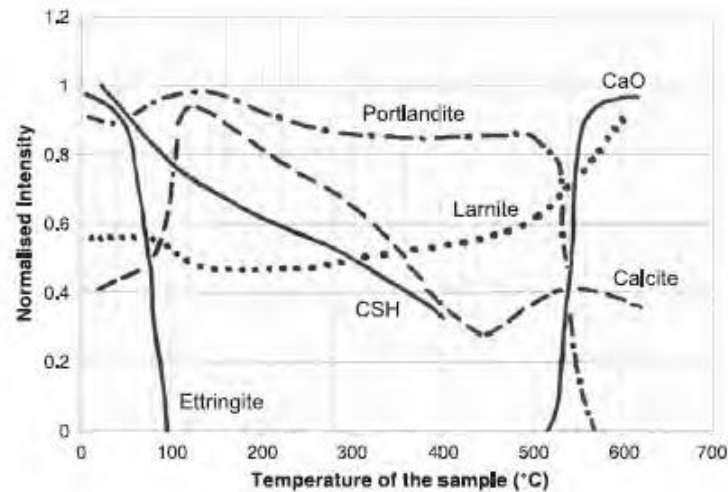
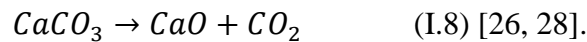


Figure I.6. Evolution de la quantité des phases de la pâte de ciment Portland au cours d'un traitement thermique [29]

Mais parallèlement à ces principales modifications, les autres constituants de la pâte de ciment subissent des transformations au cours du traitement thermique (figure I.6). Castelotte et al. [29] proposent une évolution de la composition de la pâte au cours d'un échauffement grâce à la technique de la diffraction de neutrons.

Dès le début du chauffage, les hydrates du ciment subissent des modifications. Les auteurs observent que la disparition de l'ettringite se produit avant 100°C, avec une déshydratation progressive des C-S-H jusqu'à 600°C. A 500°C, la portlandite se décompose en CaO et en eau. Cette transformation s'appelle la déshydroxylation.

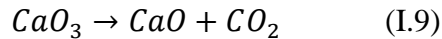
Finalement, la déshydratation reste le principal phénomène lorsqu'un béton ou une pâte de ciment subit un traitement thermique.

I.1.5.2. Evolution des granulats

Les granulats possèdent un comportement différent de la pâte de ciment avec l'élévation de la température. Avec une élévation de température, les granulats subissent des modifications physicochimiques. Différents types de granulats peuvent être utilisés : calcaire, siliceux, silico-calcaire, basalte, argile expansé... Ces différents types de granulats peuvent avoir des comportements différents à haute température selon leur composition.

Dans le cas des granulats siliceux, d'après les chercheurs [30 et 31], l'eau adsorbée est partiellement libérée, entre 120 et 600°C, ce qui provoque un clivage et une réduction de la résistance des granulats. A 575°C, il se produit la transformation allotropique du quartz. Cette transformation s'accompagne d'un gonflement du granulat de l'ordre de 1 à 1.4% [31].

Pour les granulats calcaires, le comportement thermique est plus stable jusqu'à 700°C. Au delà de cette température, on assiste à la décarbonatation du calcaire :



Cela entraîne une déstructuration du granulat. Le monoxyde de calcium relâché peut réagir avec de l'eau pour reformer de la portlandite. Cette réaction entraîne un gonflement, donc un accroissement de fissures dans le béton qui est sans doute à l'origine des diminutions de résistances observées [32, 33].

I.1.5.3. Dégradation de l'interface pâte-granulats

Tous les éléments constituant le béton subissent avec la température des modifications physico-chimiques. Des comportements opposés sont observés par rapport à la matrice cimentaire et les granulats. Au delà de 105°C, la matrice cimentaire subit un retrait alors que les granulats subissent une expansion. Ce comportement opposé engendre une microfissuration [34].

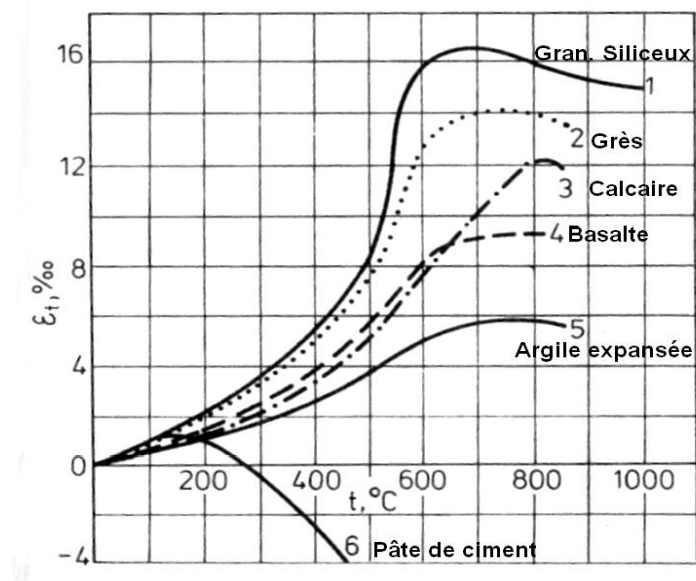


Figure I.7. Déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats [35]

Ces deux évolutions créent à l'interface pâte-granulats des incompatibilités de déformations induisant des contraintes de traction au sein de la pâte de ciment et de compression au sein des granulats (Voir figure I.7). Les auteurs [35] constatent que la déformation thermique des bétons composés de granulats légers sont les plus faibles, tandis que celles des granulats siliceux les plus importantes. Donc, la nature du granulat a une incidence sur la déformation thermique, et par conséquent sur l'incompatibilité pâte-granulats.

Parallèlement à cette incompatibilité, les hautes températures entraînent le départ d'eau (libre, liée, adsorbée) contenue dans les pores et dans les hydrates. Or, au niveau de l'auréole de transition, cette déshydratation détériore rapidement les liaisons créées entre les granulats et la pâte de ciment. Cela entraîne l'apparition de microfissures.

I.1.6. La perméabilité des bétons

I.1.6.1. Définition

La perméabilité est définie comme la capacité d'un milieu poreux à être traversé par des fluides sous gradient de pression. La perméabilité est un indicateur de durabilité incontournable qui quantifie le transfert de fluide sous un gradient de pression.

La perméabilité d'un béton est fortement liée de nombreux facteurs tels que la porosité totale du matériau, les chemins de percolation se traduisant par la connectivité et la tortuosité du réseau poreux [36; 37]. En effet, plus la porosité augmente ou est connectée, plus la résistance au flux est faible ; moins la tortuosité est prononcée et plus la perméabilité est grande.

I.1.6.2. Loi de Darcy

La perméabilité traduit l'aptitude d'un matériau à se laisser traverser par un fluide liquide ou gazeux sous l'effet d'un gradient de pression.

La loi de Darcy (1856) est une loi physique qui exprime le débit d'un fluide incompressible filtrant au travers d'un milieu poreux.

Elle est appliquée avec les hypothèses suivantes [37] :

- Les forces d'écoulement sont dues à la viscosité (les forces d'inertie sont négligées) ;
- Le milieu poreux est totalement saturé par un seul fluide ;
- Les écoulements du fluide sont supposés laminaires ;
- Le fluide n'a pas d'interaction physico-chimique avec le matériau.

Selon l'équation (I-10), la perméabilité k d'un milieu poreux est définie par la relation de Darcy [38] qui exprime le débit volumique Q (m^3/s) d'un fluide de viscosité μ (Pa.s) qui traverse une épaisseur dx (m) de matériau de section apparente A (m^2) sous la différence de pression dp (Pa) (Figure I.8).

$$Q = \frac{KA}{\mu} \frac{dp}{dx} \quad (I.10)$$

Q: Débit volumique d'un fluide de viscosité μ

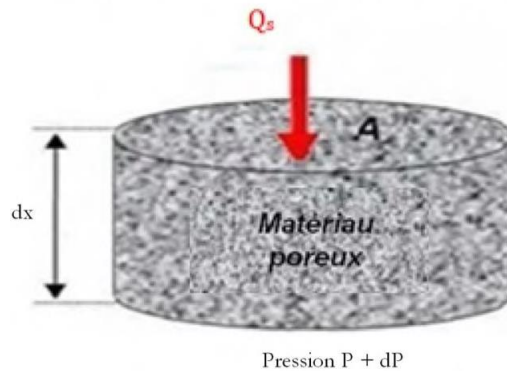


Figure I. 8 : Concept de la perméabilité d'un milieu poreux selon [38].

I.1.6.3. Perméabilité intrinsèque

La perméabilité intrinsèque est un indicateur plus pertinent que la perméabilité apparente, dans la mesure où elle caractérise le matériau indépendamment de la pression de mesure.

Elle est définie selon la loi de Darcy K (m^2) qui s'écrit :

$$v = -\frac{K}{\mu} \text{grad}P \quad (I.11)$$

Avec :

$$v: \text{la vitesse du fluide (m/s), } v = \frac{Q}{A} \quad (I.12)$$

gradP : le gradient de pression (Pa/m).

Plusieurs méthodes existent pour calculer la perméabilité intrinsèque, telle que la méthode de Klinkenberg, de Carman, etc [39 ; 40]. La méthode de Klinkenberg [39] la plus utilisée [41 ; 42 ; 43 et 44], est traduite par l'équation (I.13), qui permet de déterminer la perméabilité intrinsèque K_i (m^2), uniquement relative aux écoulements visqueux, à partir de plusieurs mesures de perméabilité apparente K_a à différentes pressions [45]. Nous pouvons observer que les écarts entre la perméabilité intrinsèque et la perméabilité apparente sont de plus en

plus faibles lorsque la pression augmente, Klinkenberg établit une évaluation du coefficient de perméabilité intrinsèque K_i , en fonction de la perméabilité apparente K_a et l'inverse de la pression moyenne (équation I.14).

$$K_a = K_i \left(1 + \frac{\beta}{P_m} \right) \quad (\text{I.13})$$

avec : P_m : pression moyenne (MPa) ; β : coefficient de Klinkenberg.

$$P_m = \frac{P_1 + P_2}{2} \quad (\text{I.14})$$

avec : P_1 : la pression du fluide à l'entrée et P_2 : la pression du fluide à la sortie.

La méthode de détermination de K_i consiste à tracer la meilleure droite à partir des différentes mesures de perméabilité apparente effectuées pour des pressions d'injection différentes selon l'inverse de la pression moyenne, voir figure I.9.

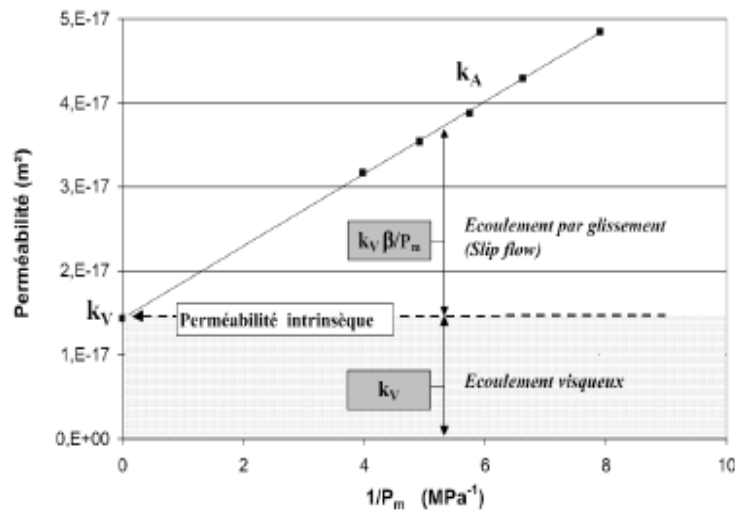


Figure I.9. Résultats obtenu à partir de mesures expérimentales pour un béton ordinaire [41].

Ceci indique que la perméabilité intrinsèque, K_i , est liée au seul écoulement visqueux. Sa valeur dépend aussi du degré de saturation du matériau lors des essais [45]. Et c'est le cas pour les matériaux cimentaires qui sont souvent partiellement saturés en eau : des pores sont occupés par l'eau et les autres sont occupés par l'air. Alors, le gaz s'écoule par les pores remplis par l'air. Cela donne une perméabilité au gaz plus faible que la perméabilité saturée au gaz car des passages de gaz par les pores remplis d'eau sont empêchés. Cette perméabilité est appelée la perméabilité effective au gaz K_{eff} [46].

I.1.7. La pénétration des chlorures

I.1.7.1. Définition

La durabilité des structures en béton armé est conditionnée par le transport d'espèces chimiques agressives dans le réseau poreux du matériau cimentaire et par le rôle des espèces chimiques vis-à-vis de la corrosion des armatures. La pénétration des ions chlorure est une des causes principales de la corrosion prématurée des armatures métalliques et de l'écaillage des surfaces en béton. Les deux principales provenances de chlorures sont les sels de déverglaçage et l'eau de mer. Les sels de chlorures sont très solubles dans l'eau, les ions ainsi formés dans l'eau pénètrent avec celle-ci dans le béton (pénétration des chlorures), soit par humidification d'un béton sec (convection), soit par diffusion, due au fait que la teneur en chlorure est plus forte dans le milieu environnant que dans le béton d'origine (gradient de concentration) [47].

I.1.7.2. La pénétration des ions chlorures dans le béton

Le mécanisme de transport des ions dépend des interactions entre les ions chlorure et la matrice cimentaire.

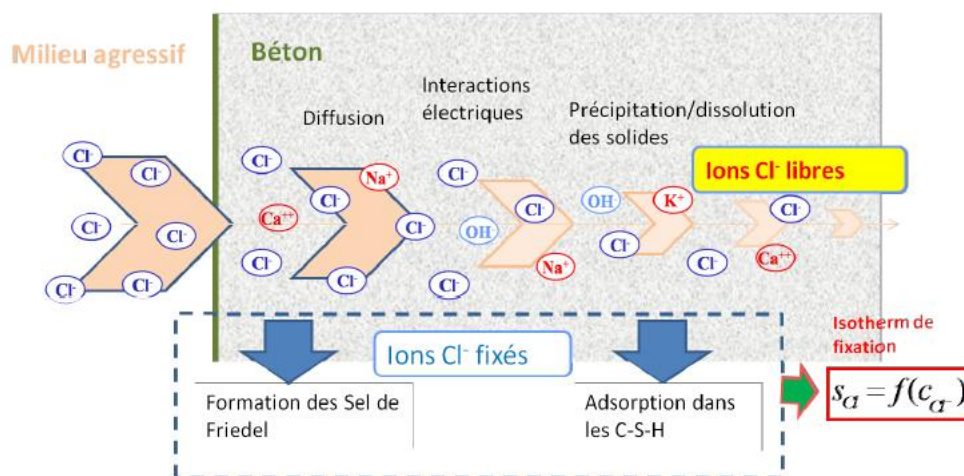


Figure 1.10 : Schématisation de la pénétration des ions chlorure dans un béton [48].

Dans un milieu poreux cimentaire, le chlore peut se présenter sous plusieurs formes. On peut distinguer deux grands types :

A. Les chlorures libres

Les chlorures libres (sous forme ionique et ne réagi pas avec la matrice cimentaire) dans la solution interstitielle des pores.

B. Les chlorures liés dits "fixés"

Les chlorures chimiquement liés (sel de Friedel par exemple) et physiquement liés par adsorption sur les C-S-H (échanges ioniques entre les ions OH^- et Cl^-).

- a. Chlorures et C-S-H ;
- b. Chlorures et aluminates ;
- c. Chlorures cristallisés ;
- d. Phase des chlorures "fixés".

I.1.7.2. Effet de la nature du ciment sur la fixation des ions chlorure

Les hydrates du ciment ne sont pas inertes vis-à-vis des chlorures. Ils interagissent avec les ions de la solution interstitielle par des réactions physico-chimiques [49]. Plusieurs études ont démontré que de nombreux facteurs pouvaient affecter les mécanismes de fixation des ions chlorures. La nature du ciment joue un rôle important dans la fixation des ions chlorures. En effet, les chlorures sont soit adsorbés physiquement sur les C-S-H, soit liés par les produits anhydres n'ayant pas réagi lors de la maturation afin de former de nouveaux composés à base de chlorures, qui dépendent tous deux de la composition du ciment.

L'étude menée par FRANCY [50] montre l'influence de la teneur en aluminates du ciment sur la quantité de chlorures fixés. La figure I.13 donne une comparaison des isothermes de fixation du chlore de deux mortiers de référence M1 et M2 (Sable Leucate et E/C = 0,5), chaque mortier utilisant un ciment différent (tableau I.2).

Tableau I.2. Analyse chimique des ciments de l'étude menée par FRANCY [50].

Mortier	Type de ciment	Composition de Bogue (%)				
		C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	CaSO ₄ , 2H ₂ O
M1	CEM I	67,2	16,4	4,5	6,5	4,5
M2	CEM II	58,8	14,7	11,3	6,6	4,5

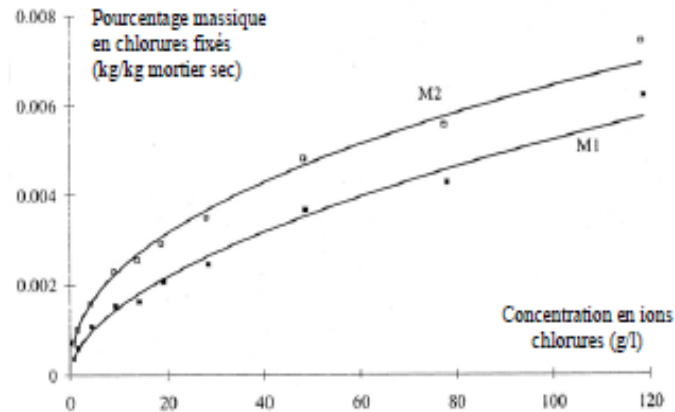


Figure I.11. Isothermes de fixation du chlore sur deux mortiers [50].

D'après la figure (I.11), on constate que le mortier M2, dont la teneur en aluminates du ciment est supérieure à celle du ciment de M1, possède une capacité de fixation environ 30 % supérieure à celle du mortier M1, pour une même teneur en pâte de ciment.

Une augmentation de la teneur en C_3A du ciment conduit donc à une diminution de la teneur en chlorures libres, c'est-à-dire à une augmentation de la teneur en chlorures fixés (pour une teneur en chlorures totaux constante).

I.2. Durabilité des bétons

I.2.1. Introduction

La durabilité est une préoccupation majeure pour les structures en béton armé exposées à des environnements agressifs. La durabilité d'un ouvrage caractérise sa capacité à conserver les fonctions d'usage pour lesquelles il a été conçu (fonctionnement structurel, sécurité, confort des usagers) et à maintenir son niveau de fiabilité et son aspect, dans son environnement. Alors, un ouvrage doit résister aux charges auxquelles il est soumis, ainsi qu'aux actions diverses telles que le vent, la pluie, le froid, la chaleur, le milieu ambiant... tout en conservant son esthétisme [51].

Pour évaluer la durabilité des bétons vis-à-vis les milieux agressifs, il est nécessaire de connaître les mécanismes d'altérations conduisant à sa dégradation, qui sont d'ordre physique (surfactive ou interne sous forme de fissure) ou chimique. Les altérations chimiques sont dues essentiellement aux acides, aux bases et aux solutions salines, elles entraînent presque toujours la dissolution de la chaux et le plus souvent, en association avec cette dissolution, la formation de composés nouveaux [52] dont les conséquences sont d'ordre

macroscopique :

- Mécanique : chute de résistances et de rigidité, fissuration et déformation du matériau ;
- Physico-chimique : baisse du PH, augmentation de la porosité et des propriétés de transfert des gaz et des liquides [51].

Les ouvrages en béton basent sur des normes européennes pour la formulation des bétons, qui explicite les critères à respecter pour confectionner un béton (durable, écologique et à moindre coût). Cet ensemble de textes couvre [51]:

- Le dimensionnement des ouvrages en béton ;
- Les constituants du béton : la norme NF EN 197-1 pour les ciments, les normes NF EN 12620 et XP P18-545 pour les granulats et la norme NF EN 934-2 pour les adjuvants) ;
- La durabilité des bétons : norme NF EN 206-1, fascicule de documentation FD P18-011, recommandations sur l'alcali-réaction, le gel-dégel, la réaction sulfatique interne,
- Les produits en béton : norme NF EN 13369 ;
- L'utilisation du béton dans les ouvrages : Fascicule 65A, DTU....

Ces normes se complètent de manière cohérente et permettent in fine de mieux maîtriser la durabilité des structures en béton [53, 54].

I.2.2. Béton et le développement durable

Le terme « développement durable » a été défini comme une nouvelle conception de l'intérêt public menant à une politique de développement qui s'efforce de concilier la protection de l'environnement, l'efficacité économique et la justice sociale (figure I-12), dans le but de répondre aux besoins des générations présentes [55].

Dans le génie civil, la prise en compte des exigences liées au développement durable induit la réduction des impacts environnementaux tout au long du cycle de vie des ouvrages tout en conservant leur qualité d'usage [56].

L'analyse de cycle de vie du béton (production de matières premières, transports, mise en œuvre, durabilité de l'ouvrage, déconstruction, recyclage) montre que les impacts environnementaux des matières premières utilisées pour sa fabrication et sa mise en œuvre sont importants alors que ceux liés à la durée de service sont minimes [57].

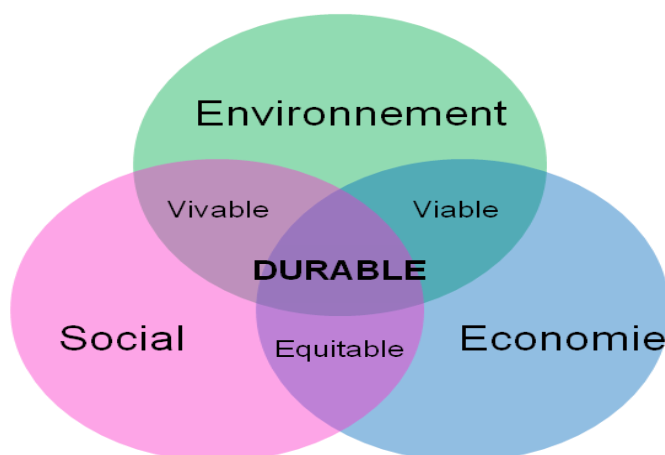


Figure I-12 : Schéma du développement durable : à la confluence de trois préoccupations, « les trois piliers du développement durable ».

I.2.3. La durabilité des bétons selon la norme NF EN 206-1

La norme européenne NF-EN 206-1 [58] intitulée « Béton. Partie 1 : Spécification, performances, production et conformité » est entrée en vigueur le 20 avril 2004 en remplacement de la norme BPE (NF P18-305) de 1996.

Cette norme s'applique aux bétons prêts à l'emploi, aux éléments issus de la préfabrication et au béton élaboré sur chantier, elle spécifie plus précisément les exigences applicables aux matériaux constitutifs du béton, aux propriétés du béton frais et durci et à leur vérification, à la qualification du béton, à la livraison du béton frais, aux procédures de contrôle de production et précise les critères de conformité et la méthodologie de leur évaluation.

Nous trouvons dans cette norme les classes d'expositions in-situ des éléments en béton armé, donnant les exigences relatives à chaque classe d'exposition en terme de rapport E/C maximal, type et classes de constituants permis, dosage minimal en ciment, résistance minimale à la compression, ainsi que la teneur en air dans le béton [59]. Pour une classe d'exposition donnée, le tableau NAF.1 de la norme NF EN 206 (voir Tableau I.3) indique ces valeurs limites.

Dans la norme NF EN 206, une approche classique prescriptive s'est ajoutée comme alternative innovante l'approche performantielle de la durabilité. C'est une approche comparative, c'est-à-dire que l'on est autorisé à formuler un béton qui ne respecte pas la démarche prescriptive (un béton avec un dosage en ciment inférieur aux limites réglementaires et un E/C supérieur) à condition de prouver qu'il est équivalent en terme de

performances (résistance et propriété de durabilité correspondant à l'environnement) à un béton respectant cette démarche prescriptive, d'où la nécessité de disposer d'indicateurs de durabilité, fiables et reconnus [60]. Ainsi, non seulement la durabilité du matériau est au centre des préoccupations (avec une définition plus détaillée de l'environnement de l'ouvrage) mais, en outre, la norme propose deux méthodes pour atteindre les objectifs de durabilité : l'approche prescriptive et les approches performantielles.

Tableau I.3. Valeurs limites applicables en France pour la composition et les propriétés du béton en fonction de la classe d'exposition (exemple pour les classes X0 et XC).

		X0	XC1	XC2	XC3	XC4	
Rapport $E_{eff}/liant$ éq maximal ^{c)}		-	0,65	0,65	0,60	0,60	
Classe de résistance minimale		-	C20/25	C20/25	C25/30	C25/30	
Teneur mini en liant éq (kg/m^3) ^{d)}		150	260	260	280	280	
Teneur minimale en air (%)		-	-	-	-	-	
Essai(s) de performances ^{m)}		-	-	-	-	-	
Combinaison CEM I + addition	Rapport maximal $A/(A+C)$ ^{l)}	Cendres volantes	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
		Fumées de silice	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
		Métakaolin type A	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
		Laitier moulu	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
		Addition calcaire catégorie A	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
		Addition calcaire catégorie B	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Combinaison CEM II/A + addition	Rapport maximal $A/(A+C)$ ^{h)}	Addition siliceuse de minéralogie QZ	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
		Cendres volantes	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
		Fumées de silice ^{g)}	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
		Métakaolin type A ^{g)}	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
		Laitier moulu	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
		Addition calcaire catégorie A	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Addition siliceuse de minéralogie QZ	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		

I.2.4. Les classes d'exposition :

Une des principales évolutions de la norme est la définition de classes d'exposition. Chaque ensemble de classes est défini en fonction de l'origine du risque :

X0 : absence de risque de corrosion ou d'attaque

XC : risque de corrosion par carbonatation

XD : risque de corrosion par les chlorures autres que ceux de l'eau de mer

XS : risque de corrosion par les chlorures de l'eau de mer

XF : attaque par le gel-dégel

XA : attaques d'origines chimiques

Pour chaque ensemble, les classes sont définies par des indices, selon des niveaux de risque croissants. Selon ces définitions des classes, un environnement donné peut correspondre à plusieurs classes d'exposition, par exemple XC (carbonatation) et XD (chlorures issus de sels de déverglaçage). A l'inverse, une même classe d'exposition peut correspondre à plusieurs actions environnementales et mécanismes de dégradation, par exemple la classe XF2 : Attaque gel/dégel, saturation modérée en eau avec agents de déverglaçage.

Les classes d'expositions ainsi définies sont reprises dans les tableaux I.4 et I.5, où chaque colonne correspond aux types d'environnement et sa classe d'exposition correspondante influençant la corrosion des armatures et l'alcali réaction respectivement.

Tableau I.4. Types d'environnement influençant la corrosion des armatures

Processus initiateur	N°	Type d'environnement	Classes d'exposition correspondantes
Carbonatation	1	<ul style="list-style-type: none"> • Sec et très sec (HR<65%) • Humide en permanence (y compris immersion en eau douce) 	X0 et XC1 (limités au climat sec)
	2	Humide, rarement sec (HR>80%)	XC2
	3	Humidité modérée (65<HR<80%)	XC3
	4	Périodes d'humidité alternant avec des périodes sèches sans chlorure (sels de déverglaçage, embruns...)	XC4
Pénétration des chlorures	5	Exposition aux sels marins ou de déverglaçage, mais pas en contact direct avec l'eau de mer. 5.1 : [Cl⁻] faible : concentration en chlorures libres à la surface $C_s \leq 10 \text{ g.L}^{-1}$ 5.2 : [Cl⁻] forte : concentration en chlorures libres à la surface $C_s \geq 100 \text{ g.L}^{-1}$	XD1 et XD3 (1)
	6	Immersion dans l'eau contenant des chlorures	XS2 et XD2
	7	Zone de marnage	XS3
(1) dans le cas XD3, les cycles de gel-dégel peuvent constituer un facteur aggravant pour le « béton d'enrobage » et de là pour la corrosion des armatures. Dans ce dernier cas, la classe XD3 correspondra au type d'environnement 5.2, ou éventuellement au type d'environnement 7.			

Tableau I.5. Types d'environnement influençant l'alcali réaction

N°	Type d'environnement	Classes d'exposition correspondantes
1	<ul style="list-style-type: none"> • Sec et très sec. • Humidité modérée avec peu d'alternances. 	X0 et XC1 (limités au climat sec)
2	Périodes d'humidité alternant avec des périodes sèches.	X0 XC1, XC3, XC4 XD1, XD3, XS1, XS3, XF1 XF3
3	Immersion en eau douce ou de mer ou fortes doses de sels de déverglaçage.	X0 XC1, XC2 XD2 XS2, XS3

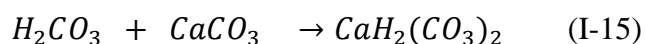
I.2.5. Durabilité des bétons vis-à-vis des environnements chimiquement agressifs

Une mauvaise durabilité se manifeste par une détérioration qui peut résulter de facteurs externes ou de phénomènes internes du béton. Les attaques chimiques externes sont principalement causées par la présence d'ions agressifs tels que les chlorures, les sulfates ou le gaz carbonique ainsi que par de nombreux liquides et gaz d'origine naturelle ou industrielle. Ces substances nuisibles n'agissent qu'en présence d'humidité, étant donné que les réactions nuisibles ne peuvent se produire qu'en solution [47]. Le plus souvent les substances nuisibles entrent en contact avec le béton sous forme dissoute [61]. Les dégradations chimiques provoquées dans les bétons sont issues de réactions d'hydrolyse ou de dissolution [62].

I.2.5.1. Attaque par les eaux naturelles

Dans le cas où il y a suffisamment d'eau en qualité de fluide de transport, les composants de la pâte de ciment sont détachés de la surface par l'eau douce ou les substances chimiques nuisibles qu'elle contient [47]. L'agressivité des eaux naturelles est due :

- Au pH (compris entre 4 et 6,5) ;
- A la teneur en dioxyde de carbone agressif :



Dioxyde de carbone + Calcaire → Bicarbonate de calcium

- A la dureté ou titre hydrotimétrique, qui correspond à la somme des concentrations en cations métalliques, à l'exception de ceux de l'hydrogène et des métaux alcalins :
$$TH = [Ca^{2+}] + [Mg^{2+}] + [autres\ cations\ métalliques\ Fe, Al, Mn, Sr] \quad (I-16) ;$$
- A la mobilité du milieu agressif.

Le processus de détérioration correspond essentiellement à la lixiviation des ions Ca^{2+} de la portlandite $Ca(OH)_2$ et des silicates de calcium hydratés C-S-H, ce qui conduit à une augmentation de la porosité et, parfois, à la dégradation des propriétés mécaniques du béton [63].

I.2.5.2. Attaque par les sulfates

Les sulfates qui sont à l'origine de la destruction des ouvrages en béton peuvent être présents naturellement dans les sous-sols, ou provenir de l'industrie (chimique et pétrochimique) suite à des pollutions domestiques et industrielles. Les sulfates se trouvent également associés aux alcalins dans les sels (sulfates de sodium, potassium, calcium et magnésium). On trouve aussi, dans le cadre du stockage des déchets radioactifs, des sulfates dans le déchet lui-même, ou dans les eaux de ruissellement ayant traversé des zones sulfatées (eau séléniteuses, eau d'infiltration, pluies d'acides,...). Les sulfates peuvent être de l'intérieur de béton ou bien de son extérieur.

A. Les sources externes

L'attaque par les sulfates provenant de l'extérieur provoque une formation de couches de gypse et d'ettringite secondaire ainsi que la thaumasite à partir de la surface exposée aux sulfates. L'attaque par les sulfates externes est souvent combinée avec l'attaque par le cation correspondant, selon la provenance des sulfates, qui peuvent réagir avec certains granulats ou fillers, ou avec les C-S-H ou la portlandite, et contribuer davantage à la dégradation du béton. De plus, l'attaque par les sulfates externes peut être combinée à une attaque par l'acide ce qui accélère également la destruction de la pâte hydratée.

Les sulfates se trouvent sous forme solide (sols gypseux), liquide (eaux naturelles percolant à travers les sols et solutions plus ou moins concentrées d'origine diverses), ou gazeuse (pollution atmosphérique par le SO_2), dans différentes origines:

- Dans les sols où ils constituent un élément nutritif des plantes, leur concentration

moyenne est comprise entre 0,01 % et 0,05 % en masse de sol sec ;

- Des concentrations beaucoup plus importantes (> 5 %) peuvent se rencontrer dans les sols contenant du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ou de l'anhydrite CaSO_4 . La décomposition biologique aérobie des matières organiques et l'utilisation d'engrais sont également une source possible de sulfates. Le sulfate d'ammonium $\text{SO}_4(\text{NH}_4)_2$, provenant des engrais, est particulièrement agressif. Les sols peuvent parfois contenir des sulfures de fer (pyrites) qui, par oxydation, peuvent donner naissance à l'acide sulfurique H_2SO_4 , puis au gypse s'ils sont en contact de carbonate de calcium ou de chaux ;
- Les eaux d'infiltration peuvent se charger en ions SO_4^{2-} au contact des sols ou des remblais contenant des sulfates ;
- Dans les environnements industriels et urbains, l'atmosphère peut contenir de l'anhydride sulfureux SO_2 provenant des gaz de combustion (charbon, carburants divers). En présence d'humidité ces gaz sont susceptibles de s'oxyder pour donner de l'acide sulfurique très agressif ;
- Les fermentations anaérobies qui se produisent dans les ouvrages d'assainissement conduisent également à la formation d'acide sulfurique à partir de l'hydrogène sulfuré dégagé ;
- L'eau de mer contient des sulfates en solution.

B. Les sources internes

Une attaque interne par les sulfates provient presque uniquement des sulfates de calcium qui se trouvent dans le béton dès sa confection. Par conséquent, ces sulfates sont uniformément répartis dans la pâte hydratée et le seul produit expansif de la réaction est l'ettringite. L'ettringite secondaire qui est le résultat d'une attaque par les sulfates externes, n'est pas seule à endommager le béton, c'est plutôt la formation du gypse qui contribue à la fissuration, la lixiviation et le délaminage des couches superficielles.

Les sulfates peuvent avoir différentes origines internes :

- Ils peuvent d'abord provenir du régulateur de prise ajouté au ciment (gypse, hémihydrate, anhydrite) auquel s'ajoutent, en proportions variables, les sulfates contenus dans le clinker lui-même : sulfates alcalins (arcanite K_2SO_4 , aphtitalite $\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$, langbeinite $\text{Ca}_2\text{K}_2(\text{SO}_4)_3$) et solutions solides dans les silicates de calcium ;
- Ils peuvent également provenir de l'utilisation de granulats pollués par des sulfates d'origine naturelle ou artificielle (gypse, plâtre, anhydrite ou encore pyrites).

I.2.5.3. Attaque par les acides

Lorsque le béton est un matériau basique, il est donc attaqué par les acides. Les acides réagissent avec les composés calciques du béton pour mener à la formation de sels de calcium. Lorsque la circulation de l'acide est suffisante pour éliminer continuellement ces sels, l'attaque se renouvelle sans cesse.

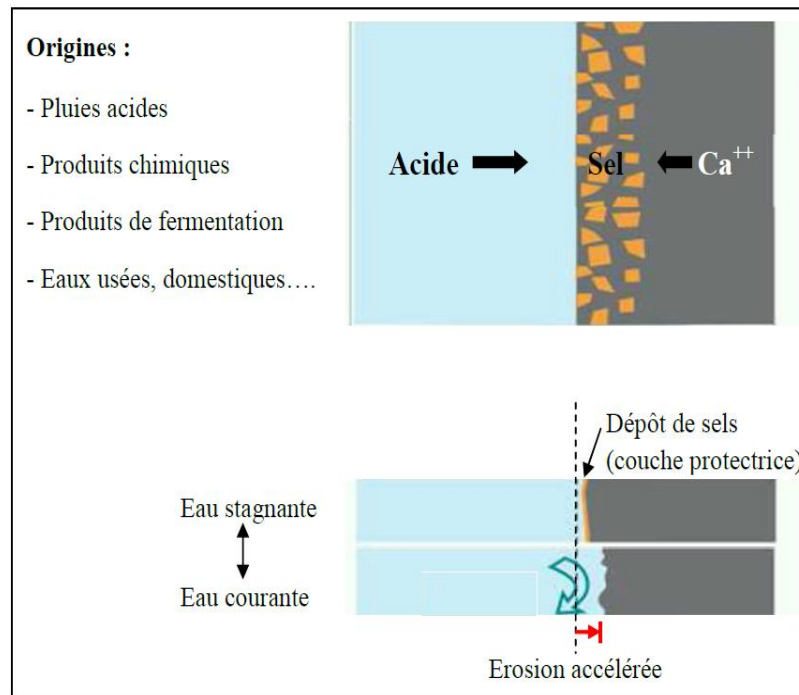


Figure I-13 : schéma illustratif de l'attaque des acides sur les bétons [64]

I.2.5.4. Attaque par les sels/chlorures

Certaines espèces chimiques agressives peuvent franchir la barrière physique assurée par l'enrobage. En perturbant la stabilité chimique du béton d'enrobage, les armatures seront dépassivées progressivement, et c'est le cas des ions chlorure (Cl^-).

La pénétration de ces ions qui accélèrent l'altération peut être provenir à l'utilisation d'un sable de mer insuffisamment lavé ou du chlorure de sodium utilisé comme accélérateur du durcissement du béton. Comme ils peuvent provenir de l'extérieur, les eaux de mer, le sel contenu dans les embruns marins ou les sels de déverglage a tendance à modifier la microstructure du matériau et à diminuer son pH par la précipitation de produits à caractère acide.

I.2.6. Indicateurs de durabilité

I.2.6.1. Définition des indicateurs de durabilité

Les indicateurs de durabilité sont des paramètres qui permettent d'évaluer et de déterminer la durabilité des bétons. Plusieurs travaux de recherche observent que la résistance en compression, indicateur traditionnel de la performance des bétons, n'est plus suffisante pour évaluer la durabilité des bétons et pour sélectionner une formule devant satisfaire des critères relatifs à la durabilité [65, 66 et 67]. Donc, il s'agit de paramètres relatifs au béton, qui apparaissent comme fondamentaux pour l'évaluation de sa durabilité et de sa structure vis-à-vis d'un ou de plusieurs processus de dégradation.

Ils interviennent par exemple dans les équations régissant les phénomènes et figurent parmi les données d'entrée des modèles de prédiction de la durée de vie. Aussi, une seconde condition doit être vérifiée : ces paramètres doivent être facilement quantifiables à partir d'essais de laboratoire pratiqués sur éprouvettes ou sur prélèvement, selon des modes opératoires bien définis et validés. Les méthodes d'essai doivent de plus présenter une reproductibilité, une précision, une simplicité et une rapidité adéquates [47].

Les ouvrages en bétons armés se dégradent par l'action de différents agents extérieurs qui pénètrent dans la porosité du béton et qui varient selon l'environnement de l'ouvrage. Parmi ces agents et les phénomènes qu'ils engendrent, on trouve :

- La pénétration des chlorures est prépondérante dans les environnements classés (XS – zones côtières) par la norme NF-EN 206-1. Ce phénomène favorise la corrosion des armatures du béton ;
- La carbonatation des bétons qui constitue le type de dégradation la plus courante car elle est provoquée par la pénétration du CO₂ atmosphérique. Cela dit, il existe des environnements tels que les zones industrielles présentant un taux de CO₂ plus élevé que la normale. Les environnements donnant lieu à ce type de dégradation sont classés (XC) par la norme NF-EN 206-1 ;
- Dégradation par les attaques sulfatiques, dans les classes environnementales (XA) selon la norme NF-EN 206-1.

Le guide AFGC « Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages » [68] distingue deux catégories d'indicateurs de durabilité :

- Les indicateurs généraux propres à tous les bétons,

- Les indicateurs spécifiques propres à une dégradation particulière.

I.2.6.2. Indicateurs de durabilité généraux sélectionnés

Les indicateurs de durabilité généraux permettent d'évaluer la durabilité de tout type de bétons. Cinq indicateurs de durabilité généraux sont identifiés dans le guide AFGC [68] :

- La porosité accessible à l'eau ;
- La perméabilité aux gaz ;
- Le coefficient de diffusion (apparent ou effectif) des ions chlorure ;
- La perméabilité à l'eau liquide ;
- La teneur en portlandite Ca(OH)_2 (initiale, dans le cas d'un matériau carbonatable).

Dans cette liste, les paramètres à déterminer effectivement dépendront des dégradations prévisibles, de l'environnement, du cas pratique étudié...etc. Ceci est illustré par les paramètres impliqués dans les spécifications selon le cas considéré ou encore par ceux requis par les modèles prédictifs [47].

I.2.6.3. Indicateurs de durabilité spécifiques

Selon le processus de dégradation considéré, il peut s'avérer nécessaire de compléter le panel d'indicateurs généraux par des indicateurs spécifiques à ce processus à titre d'exemple, pour la prévention des dégradations dues au gel, les caractéristiques du réseau de bulles d'air semblent être un indicateur spécifique pertinent [47].

I.2.6.4. Indicateurs de substitution

Les indicateurs de substitution pourront soit être utilisés directement (notamment pour un simple classement de bétons, sous réserve qu'un système de classement soit disponible), soit permettre via des méthodes indirectes d'accéder aux indicateurs de durabilité généraux proposés.

On peut classer parmi les indicateurs de substitution, les paramètres suivants :

- Porosité accessible au mercure ;
- Résistivité électrique ;
- Quantité d'électricité mesurée selon l'essai AASHTO (Norme ASTM C 1202) ;
- Coefficient de diffusion du CO_2 (ou de l' O_2) dans les matériaux carbonatés ;

- Coefficient de diffusion de l'eau tritiée ;
- Coefficient d'absorption capillaire ou sorptivité.

I.2.7. Paramètres influant la durabilité des bétons en Algérie

D'après les études et les expertises munies par les chercheurs, Oualit [47] a conclu que les principaux paramètres qui influent sur la durabilité des bétons en Algérie sont essentiellement liées à :

- **L'environnement** : il y a lieu de relever la présence des chlorures sur tout le littoral (la zone maritime du nord algérien qui génère l'humidité relative), la carbonatation dans les zones urbaines et industrielles, ce qui va engendrer le phénomène de la corrosion des armatures ainsi que l'existence des sulfates dans les sols et particulièrement dans la région du sud (climat très sec avec des températures élevées) ;
- **Le choix et la qualité des matériaux utilisés dans la formulation des bétons** :
Quelques études ont mis en évidence des manquements qui ont des conséquences sur les performances du béton et sur sa durabilité, citant par exemple : le choix du rapport E/C et le dosage en ciment, La cure du béton et le processus de conservation des matériaux dans des conditions de température et d'humidité relative suffisantes pour assurer l'hydratation du ciment. Les règles de l'art permettant d'assurer les qualités de fabrication et de la mise en œuvre du béton ne sont pas observées sur les chantiers des bâtiments.
- **L'action sismique** : les agressions des secousses sismiques (plus précisément dans le nord algérien) provoquent des microfissures et des fissures, ce qui facilite la pénétration des agents agressifs ;
- **La mauvaise conception des ouvrages** ;
- **L'absence d'entretien.**

I.3. Attaque sulfatique externe

L'attaque sulfatique externe peut être définie comme étant une réaction chimique entre les ions sulfate ayant pénétré dans le béton par un mécanisme de transfert et les composants de la pâte de ciment durcie, selon la littérature et la norme NF EN 206-CN, l'aluminate tricalcique. Elle se manifeste macroscopiquement, par un gonflement du matériau et une apparition de fissures qui peuvent produire la ruine de la structure par perte préjudiciable de sa résistance mécanique [69]. Malgré les différentes études et expertises, certains mécanismes de

dégradation restent sujet à controverses, et c'est le cas pour de l'attaque sulfatique externe (ASE).

I.3.1. Historique sur les attaques sulfatiques externes

La pénétration des ions sulfate dans les bétons présente une pathologie dangereuse pour les ouvrages du fait de ses conséquences expansives. Cette « maladie » est ancienne et connue depuis le XVII^{ème} siècle, elle a été observée pour la première fois en 1887 par Candlot, à la suite d'investigation sur des mortiers des fortifications de la ville de Paris. En effet, ces mortiers étaient en contact avec des eaux gypseuses (séléniteuses).

Dès les années 1950, les premières réglementations en matière de protection des ouvrages contre l'attaque sulfatique externe recommandaient l'utilisation de béton à faible rapport Eau/Ciment, à taux de C₃A limité et à ajouts pouzzolaniques, visaient à limiter la quantité d'aluminates et à ralentir la diffusion des ions agressives depuis le milieu externe vers le milieu interne.

Les chercheurs [70, 71, 72] ont mis en évidence par différents essais que le comportement d'un béton à base d'un CEM I classique ne serait pas plus mauvais que le comportement de celui à base d'un ciment PM-ES avec le temps. Mehta dans son étude [70] a mis en évidence en se basant sur des essais de résistance à la compression qu'après le même test de diffusion des sulfate, un béton à base d'un ciment avec 0% de C₃A voit sa résistance à la compression au bout de 28 jours diminuer de 13% alors qu'un béton à base d'un CEM I contenant 2% de C₃A la voit augmenter de 10%. Même si, la mesure de la résistance à la compression n'est pas un critère pertinent pour l'évaluation de l'attaque sulfatique externe.

Cinq critères majeurs de recherche dans le domaine de l'attaque sulfatique ont été définis comme prioritaires par Cohen [73] :

- Etablir des tests accélérés d'attaques sulfatiques, permettant de tester rapidement la résistance des pâtes de ciment vis-à-vis de certains facteurs reconnus et ce de manière normalisée,
- Etablir une liste d'indicateurs appropriés à mesurer ou à contrôler pendant les essais d'attaque sulfatique,
- Etablir des critères qui permettent d'affirmer de façon claire si le matériau a réussi le test,
- Etablir une méthodologie systématique pour l'analyse des données,

- Etablir une relation entre la durabilité de la pâte de ciment et celle du béton.

La détérioration des propriétés mécaniques du béton, qu'elle soit évaluée visuellement, mise en évidence par une décroissance de la résistance du matériau ou encore par des mesures d'expansion volumique, est la conséquence des réactions chimiques et des modifications microstructurales causées par l'attaque sulfatique.

Il apparaît alors primordial de prémunir le béton soumis à une attaque aux sulfates par un contrôle des propriétés physico- chimiques, la réglementation impose des valeurs limites pour les constituants en prescrivant une quantité minimale de ciment équivalent ou un rapport eau efficace sur ciment équivalent maximum, cela pour un environnement donné. Par ailleurs, l'emploi d'un ciment PM-ES (ciment prise mer, résistant aux milieux riches en chlorure et sulfate) utilisable et à faible teneur en C_3A est imposé.

I.3.2. Les origines des sulfates

Les ions sulfates peuvent provenir de sources externes telles que: eaux et sols riches en gypse, sulfates issus de produits industriels, d'engrais ou de substances organiques, sulfates de l'eau de mer, etc [74]. Ils peuvent aussi être internes lorsqu'ils proviennent de l'ajout du gypse dans le ciment ou les granulats. Notre travail s'intéresse à la source sulfatique externe.

L'attaque sulfatique externe est souvent combinée avec l'attaque par le cation correspondant, selon la provenance des sulfates, qui peuvent réagir avec certains granulats ou fillers, ou avec les CSH ou la portlandite, et contribuer davantage à la dégradation du béton. De plus, l'attaque par les sulfates externes peut être combinée à une attaque par l'acide, ce qui accélère également la destruction de la pâte hydratée.

I.3.2.1. Les sols

La présence de sols gypseux (Figure I-14) en zones urbaines et qui peuvent contenir jusqu'à 85% de gypse à partir de 12 m de profondeur [75, 76, 77, 78] est à l'origine de multiples formes d'endommagement des bétons.

Les sols gypseux en Algérie, sont très répandus ; on en compte 8000 km² ce qui représente 12% des sols gypseux du monde selon le classement (FAO, 1990) [79]. Aussi, le taux de sulfate dans les sols des régions sahariennes est compris entre 0.9 et 5.4 % [80].

En temps de fortes pluies, certaines parties des constructions se retrouvent immergées dans des solutions souterraines contenant des doses importantes de sulfates [81] et causent souvent leur dégradation et leur corrosion.



Figure I-14 : Quelques échantillons de roches gypseuses existantes dans les sols

I.3.2.2. Les eaux souterraines

Les eaux d'infiltration venant en contact avec les sols sulfatiques se chargent en ions SO_4^{2-} . La concentration en ions de l'eau va dépendre de la solubilité du sulfate qui dépend de la température et de la présence d'autres sels [82].

La figure I.15 montre les concentrations de sulfate SO_4^{2-} dans les régions sud Est de l'Algérie varient entre 3606 mg/l et 367 mg/l [83], et le degré d'agressivité selon le milieu souterrain.

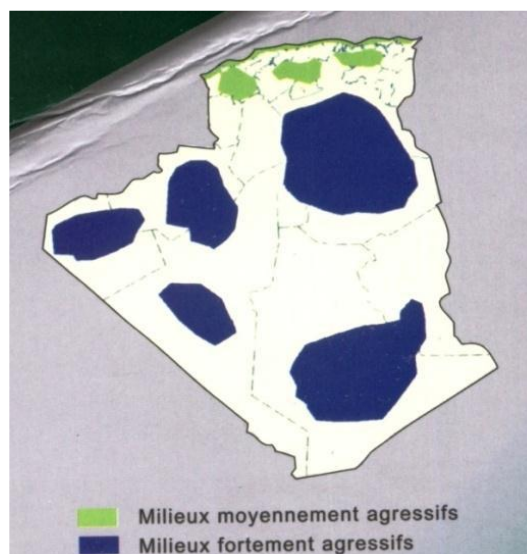


Figure I-15 : Localisation des régions selon le degré d'agressivité de leur milieu souterrain [84].

I.3.2.3. L'eau de mer

La concentration en sulfates dans l'eau de mer est d'environ 2800 mg/l [85]. L'eau de mer est constituée de sels chargés en ions chlorures de composés sulfatiques contenant les ions sulfates SO_4^{2-} ... ces ions sont nocifs au béton lorsqu'ils pénètrent en son sein [47].

I.3.2.4. La pollution atmosphérique

La pollution atmosphérique, comme celle qui peut être générée dans certaines zones industrielles, comme par exemple les cimenteries (Figure I-16) et les usines de fabrication des batteries pour voitures. En effet, les gaz rejetés par les cimenteries dans l'atmosphère lors de la cuisson du clinker [86] et la propagation dans l'air du SO_2 due à la dissolution de l'acide sulfurique lors de la fabrication des batteries des voitures [87] causent la corrosion des armatures et la détérioration des bétons à long terme dans toutes les zones avoisinantes.



Figure I-16 : Origine de la pollution de l'atmosphère, exemple d'une cimenterie

I.3.3. Les mécanismes de dégradation par les sulfates

Les modes d'action des ions sulfates dans les bétons sont complexes. Cependant, la chimie minérale et certaines techniques d'investigation récentes ont permis de reconnaître certains composés, d'expliquer leur formation, et de proposer des scénarios cohérents avec les modes de dégradation observés [88].

Les conséquences de la pénétration des sulfates dans le béton sont la formation de gypse, d'ettringite, ou de thaumasite, et la transformation des produits d'hydratation, ce qui peut entraîner un gonflement, une perte de résistance et une altération de la surface de l'élément en béton.

I.3.2.1. L'action chimique des sulfates

La figure I.17 présente un schéma proposé par Mehta [89], explique les mécanismes et les effets d'altération des bétons par réactions chimiques. Ce schéma a été simplifié par Planel pour se focaliser sur l'attaque sulfatique [90]. Deux réactions y figurent, L'hydrolyse des hydrates de la pâte de ciment durci et les réactions entraînant la formation des produits expansifs (associés à l'Attaque au Sulfate de Sodium : ASSO). Toutefois, les conséquences macroscopiques sont d'ordre mécanique : chute de résistance et de rigidité, fissuration et déformation du matériau et d'ordre physico-chimique : perte de résistance, modification de la porosité et des propriétés de transport et formation d'un hydrate expansif [51].

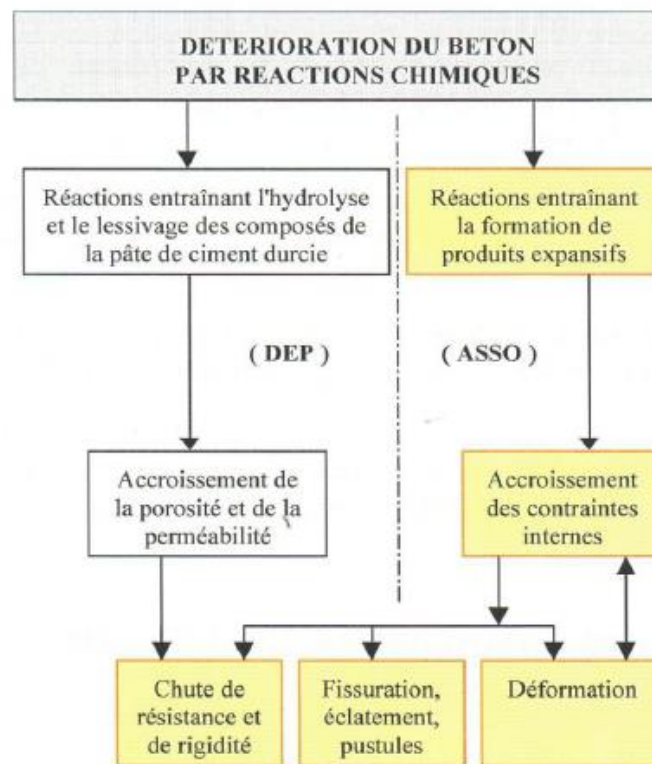


Figure I-17: Schéma simplifié des processus de détérioration du béton intervenant lors des attaques sulfatiques (DEP : Dégradation en Eau Pure, ASSO : Attaque au Sulfate de Sodium Na_2SO_4).

D'après Baron et Ollivier [88], dans le cas de solutions à fortes teneurs en sulfates supérieures à $1000 \text{ mg de SO}_4^{-2}$, le gypse résulte de l'interaction entre les sulfates d'apport et la matrice cimentaire. Le gypse, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, est contenu dans le ciment, il est utilisé comme régulateur de prise, il existe donc déjà dans le béton sain. Celui qui se forme en présence d'une solution

riche en sulfates résulte de la substitution des ions hydroxyde par les ions sulfate au niveau de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Au cours de ces processus de dégradation, la solubilité des différents précipités, quantifiée en chimie des solutions aqueuses par le produit de solubilité, a un rôle majeur. En effet, le sulfate de sodium Na_2SO_4 est très soluble et entraîne la formation de gypse et d'ettringite expansive, dont les proportions relatives sont fonction à la fois de la concentration en sulfates SO_4^{-2} et en aluminat tricalcique C_3A du ciment. Le sulfate de calcium, issu du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ou de l'anhydrite CaSO_4 , est peu soluble, et conduit le béton à la formation d'ettringite expansive. Le sulfate de potassium K_2SO_4 peut aussi être agressif, leur rythme d'attaque est similaire à celui du sulfate de sodium. La plupart des sulfates métalliques solubles FeSO_4, \dots peuvent être agressifs (notamment en présence de certaines bactéries).

Les effets de tels phénomènes peuvent être assez complexes, dans la mesure où un même cation par exemple, peut intervenir dans plusieurs équilibres de précipitation et dissolution. La formation d'un précipité peut ainsi conduire à la dissolution d'un autre, selon les valeurs de leurs produits de solubilité : le précipité dont la solubilité est la plus faible se forme préférentiellement à un solide de solubilité plus élevée [74].

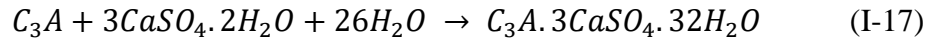
I.3.2.2. L'ettringite

La formation d'ettringite est fréquemment associée à la description des attaques sulfatiques. Elle se forme à partir de C_3A , dont il existerait quatre formes cristallographiques dans le ciment avec des réactivités différentes, mais sans que cela influe sur la quantité totale d'ettringite formée [91]. Si elle joue souvent un rôle majeur dans ces phénomènes, sa présence n'est ni nécessaire ni suffisante pour expliquer le gonflement et les dégradations de bétons soumis à des attaques sulfatiques [62].

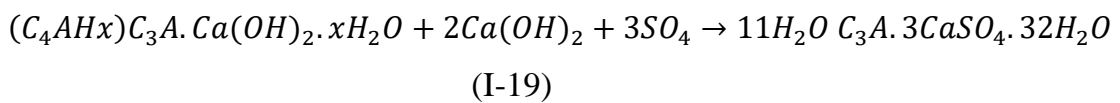
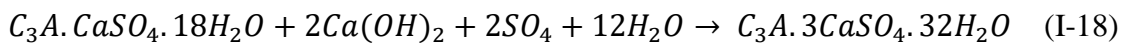
En effet, il faut d'abord distinguer les différents types d'ettringite, ou trisulfoaluminate de calcium hydraté [92] :

- **L'ettringite primaire** : est le produit de réactions entre les sulfates de calcium introduits dans le ciment comme régulateur de prise et l'aluminat tricalcique C_3A . Elle se décompose ensuite pour former du monosulfoaluminate de calcium. Elle n'est jamais expansive et se présente le plus souvent sous forme d'aiguilles.

- **L'ettringite secondaire** : elle se développe quand le béton a déjà durci. Si les sulfates sont d'origine externe, elle peut générer de l'expansion. C'est celle qui est en cause dans le cas des attaques sulfatiques externes. Elle se forme à partir de C_3A anhydre résiduel selon l'équation (I-17), ou à partir des aluminates hydratés selon l'équation (I-18) et (I-19)



(monosulfoaluminates)



- **L'ettringite différée** : elle est formée lors d'attaques sulfatiques internes, et peut provoquer ou non de l'expansion. Elle concerne des bétons où l'ettringite primaire n'a pas pu se former pendant les premiers instants de l'hydratation. Sa formation engendre des contraintes internes qui peuvent mener au gonflement et à la fissuration du béton. Cette pathologie est rare, car de nombreuses conditions doivent être réunies, tant au niveau des constituants que de l'humidité et de la température du béton et de son environnement.

Ensuite, le caractère expansif ou non de l'ettringite, lié à sa façon de cristalliser, peut dépendre de la composition de la solution, et en particulier de sa teneur en chaux CaO. En effet la solubilité de l'ettringite diminue sensiblement avec la teneur en CaO [88]. Dans les produits riches en chaux, l'ettringite se forme in situ au contact des aluminates de calcium, en présence d'une très petite quantité de solution sursaturée. La vitesse de germination est alors supérieure à la vitesse de croissance cristalline et conduit à la formation d'agglomérats de très petits cristaux de nature plus ou moins colloïdale.

Les produits formés ont un volume molaire trois à huit fois plus élevé que celui des réactifs (C_3A ou $C_4A.H_{13}$), d'où le développement de contraintes élevées. Dans les bétons dont le liant libère moins de portlandite (ciments de haut fourneau par exemple), l'ettringite précipite à partir de la solution dans les vides interstitiels du béton et la cristallisation en aiguilles bien formées n'est pas expansive.

Enfin, la formation d'ettringite est souvent liée à la formation de gypse, lequel peut aussi avoir des effets délétères et expansifs.

I.3.2.3. Le gypse

Le gypse se dépose principalement dans les fissures et dans les vides (Figure I.18). Les dommages causés par le gypse peuvent être de deux types : l'écaillage et le gonflement du béton. Pour évaluer les conséquences de la seule formation de gypse, il est nécessaire d'empêcher la formation d'ettringite, en utilisant des liants sans C_3A . Une étude de Mehta et al. [93] montre que la formation de gypse peut être responsable d'un écaillage et d'une perte de masse importante. Tian et Cohen [94] ont étudié les variations dimensionnelles de prismes en mortiers à base de C_3S . Ils ont relevé des gonflements importants et mis en évidence la formation de gypse, sans toutefois relier explicitement les deux phénomènes. La quantité de gypse formée peut être réduite par la substitution du C_3S par de la fumée de silice, ce qui confirme son origine dans la consommation de la portlandite.

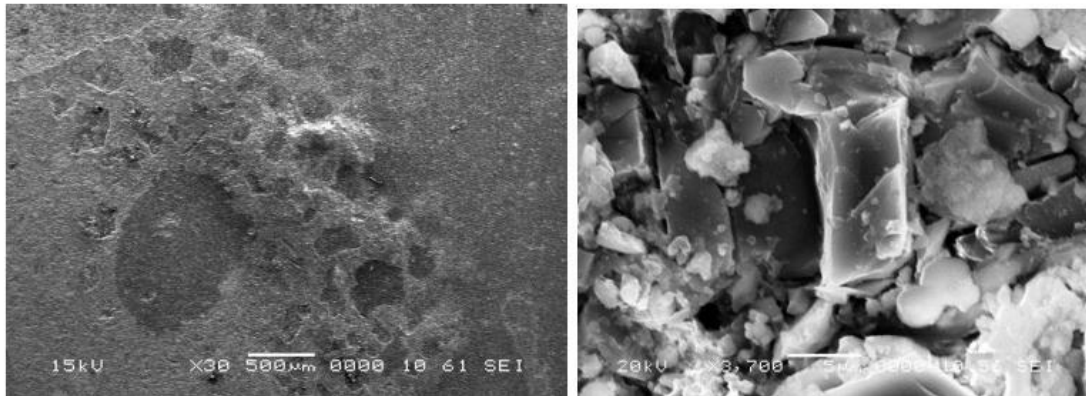


Figure I.18 : Cristallisation du gypse pendant l'attaque des sulfates [11].

Cependant les études qui relient l'étude des dégradations « physiques » : gonflement, perte de masse, écaillage et la formation des différents produits des attaques sulfatiques : gypse, ettringite et brucite, sont encore rares. Il serait pourtant intéressant de mieux connaître ces liens de causalité, afin de prévenir de façon plus efficace le risque au niveau de la formulation.

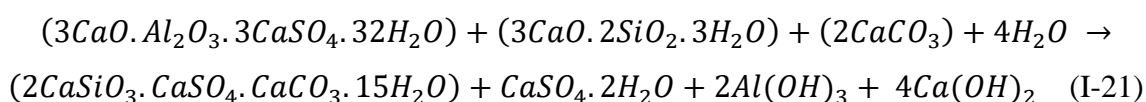
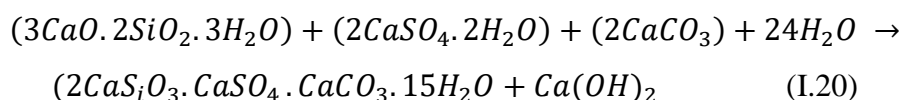
I.3.2.4. La thaumasite

La thaumasite est un carbo-sulfo-silicate et/ou silico-aluminate de calcium hydraté. Elle apparaît naturellement sous forme d'aiguilles de 0,5 à 1,5 mm de longueur. Elle est de couleur blanche, incolore dans les matériaux naturels ou dans les bétons. Lorsqu'elle préexiste dans le sol, elle n'aura pas d'effets destructeurs sur le matériau [95].

Lors des attaques sulfatiques externes, la thaumasite (TSA) se déclenche sous les conditions suivantes [95] [96]:

- Une basse température (<15 °C) ;
- Une élevée humidité relative ;
- Une source d'ions calcium (chaux, silicate de calcium hydraté (CSH)...) ;
- Une source de carbonate(CO₂) atmosphérique, fines calcaire...) ;

Elle peut aussi se former directement à partir d'une réaction entre le C-S-H, gypse, carbonate de calcium et l'eau (voir équation. I.20) [97, 98], ou indirectement (DE woodfordite) par la réaction entre l'ettringite, C-S-H et des ions carbonate en présence d'un excès d'eau, selon (équation.1.21) [99].



La probabilité de voir se produire ce type de dégradation augmente si des granulats ou des fillers calcaires sont utilisés sous des climats froids, car ces matériaux sont essentiellement constitués de carbonate de calcium, et les ions carbonates interviennent dans les réactions de formation de la thaumasite [74].

I.3.3. Paramètres influençant les attaques sulfatiques externes

L'attaque par sulfates est un des principaux phénomènes de dégradation des bétons lorsqu'il est exposé dans un environnement chargé par les ions SO₄²⁻. Ces derniers pénètrent dans la matrice cimentaire et réagissent avec les aluminates pour former des produits expansifs provoquant une fissuration et altération du béton.

Selon la plupart des chercheurs, la formation d'ettringite (trisulfo-aluminate de calcium hydraté) est la cause principale d'expansion. Cependant, après la revue de la littérature effectuée, les facteurs influençant le mécanisme d'attaque sulfatique sont nombreux:

- La qualité du béton à savoir la composition du ciment, le mode de fabrication, la cure ;
- Le choix de ciment, l'utilisation de ciments à faible C₃A soit bonne du point de vue

d'éviter la formation d'ettringite dans le béton durci ;

- L'impact de la concentration des sulfates dans la solution intersticielle sur les conséquences que cela induit dans les matériaux cimentaires est cependant assez peu étudié. Il est pourtant intéressant de bien connaître l'effet de ce paramètre ;
- L'effet couplé de la température à une attaque sulfatique externe est inconnu ;
- L'utilisation des petits échantillons pour réduire le processus de l'attaque sulfatique externe (qui est lent) ;
- Le type de sable intervient aussi au niveau de la résistance à l'attaque sulfatique externe, avec leurs compositions minéralogiques ils peuvent être une source de déclenchement d'un autre type d'attaque ;
- La valeur du pH a un rôle important dans la stabilité de différents hydrates formés ;
- conditions environnementales et atmosphériques à savoir les changements d'humidité, la fréquence des intempéries, la surface exposée [100].

Chapitre II

Programme expérimental

II.1. Introduction

Ce chapitre présente dans une première partie la caractérisation des matériaux utilisés, suivi, en deuxième partie, la formulation des bétons et le mode de conservation de ces derniers pour les préparer aux essais. La troisième partie est consacrée aux différentes techniques et protocoles expérimentaux menée sur les bétons. Nous détaillerons les méthodes utilisées pour déterminer les paramètres mécaniques et la durabilité tels que la résistance en compression et la traction en flexion, la perméabilité à l'oxygène, la perméabilité aux ions chlore, la variation de masse, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la porosimétrie par intrusion de mercure (MIP).

II.2. Matériaux utilisés

II.2.1. Ciments

Les bétons dans notre étude ont été fabriqués à base de deux types de ciments:

Le premier est un ciment Portland résistant aux sulfates de classe 42,5 «CPA-CEM I CRS 42,5» fabriqué par le groupe GICA (cimenterie de Ain Touta);

Le second ciment est un ciment Portland composé optimal de classe 42,5 «CPJ-CEM II/A 42,5 N» fabriqué par la cimenterie LAFARGE Algérie (Meftah).

Dont les compositions chimiques et minéralogiques des deux ciments sont présentées dans le tableau II.1 et II.2 respectivement.

Le tableau II.3 présente les caractéristiques physiques des deux types de ciments.

Tableau II.1. Compositions chimiques des deux types de ciments.

	Al ₂ O ₃	CaO	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl	LCL	PF	H
CEM I/42.5	4.67	61.83	20.94	4.31	1.91	2.18	0.66	0.33	0.035	0.76	4.79	0.55
CEMII/42.5	4.99	61.80	18.20	2.78	1.65	2.03	0.68	0.39	0.027	0.92	9.01	0.42

LCL : la chaux libre ; PF : perte au feu ; H : humidité

Tableau II.2. Compositions minéralogiques des deux types de ciments.

	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	gypse	calcaire
CEM II	50.5	15.2	5.1	11.2	3	15
CEM I	69.5	11.8	4.1	9.6	5	

Tableau II.3. Caractéristiques physiques des ciments utilisés

Désignation		CEMII	CEMI	Normes
Masse volumique absolue (g/cm ³)		2.98	3.08	NF EN 196-5
Surface spécifique (SSB) (cm ² /g)		3400	3300	NF EN 196-6
Consistance normale (%)		29.8	28.07	NF EN 196-3
Temps de prise	Début de prise(mm)	162	190	N+F EN 196-3
	Fin de prise (mm)	233	282	



Figure II.1. Ciments utilisés

II.2.2. Granulats

Les granulats utilisés sont des granulats semi concassés de type calcaire. Nous avons utilisé 4 classes granulaires :

- sable 0 /1 (S₁) ;
- sable 0/4 (S₂) ;
- gravier 3/8 (G₁) ;
- et gravier 8/15 (G₂).

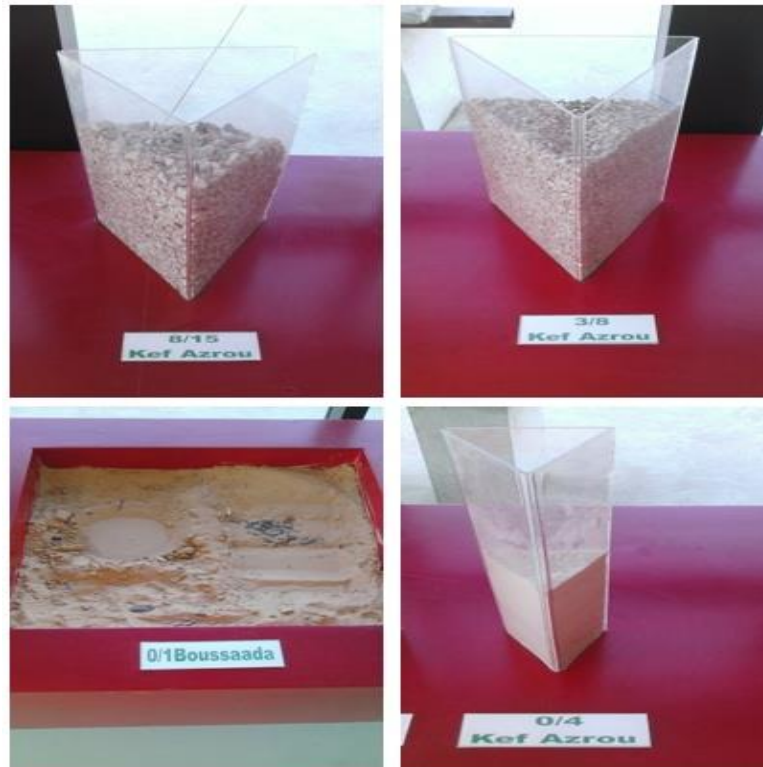


Figure II.2. Granulats utilisés (Lafarge HOLCIM)

II.2.2.1. Les caractéristiques géométriques (granulométrie)

La granulométrie permet de déterminer l'échelonnement des dimensions des grains contenus dans un granulat. Elle consiste à tamiser le granulat sur une série de tamis à mailles carrées, de dimensions d'ouverture décroissantes et à peser le refus sur chaque tamis.

La figure II.3 présente la courbe granulométrique des granulats utilisés.

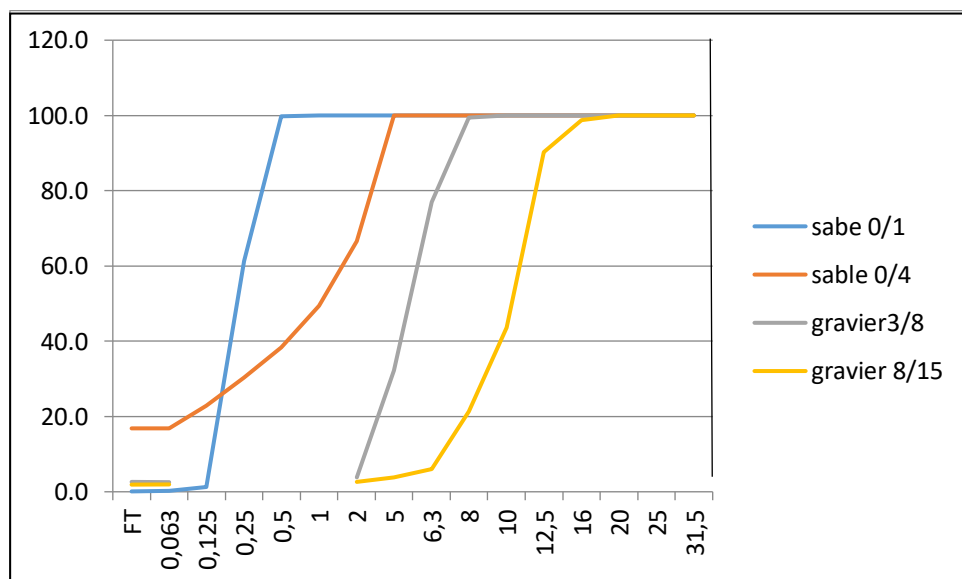


Figure II.3. La courbe granulométrique des granulats utilisés

II.2.2.2. Les caractéristiques physico-chimiques

- **Masse volumique apparente** : c'est la masse du granulat sec occupant l'unité de volume (Tableau II.4).
- **Porosité** : c'est le rapport du volume des vides continus dans les grains au volume des grains, exprimé en pourcentage (Tableau II.4).
- **Propreté des granulats** : les granulats employés doivent être propres, car les impuretés perturbent l'hydratation du ciment et entraînent des défauts d'adhérence entre les granulats et la pâte.

Dans le cas des sables, le degré de propreté est fourni par l'essai appelé « équivalent de sable piston PS » qui consiste à séparer le sable des particules très fines qui remontent par floculation à la partie supérieure de l'éprouvette où l'on a effectué le lavage. La valeur de PS doit selon les cas être supérieure à 60 ou 65. (Tableau II.4)

II.2.2.3. Les caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques des granulats ne sont pas déterminées par des essais habituels de traction ou de compression. Par contre, il existe des essais tentant de reproduire certaines sollicitations propres à des usages spécifiques des granulats.

- **Essai Micro Deval** : c'est un essai dont le principe est de reproduire, dans un cylindre en rotation des phénomènes d'usure. Les modalités de cet essai font l'objet de la norme NF P 18-572.
- **Essai Los Angeles** : le principe de cet essai est la détermination de la résistance à la fragmentation par chocs et à l'usure par frottements réciproques. Il fait l'objet de la norme NF P 18-573.

Les propriétés chimiques et physiques des granulats utilisés sont regroupés dans les tableaux II.4 et II.5 respectivement.

Tableau II.4. Analyse chimique des granulats utilisés (P 18-660-1 NF EN 1744-1)

éch	Teneurs %												
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅	TiO ₂	PF	SO ₃ G	Cl
0/1	90.15	1.20	0.50	3.73	0.23	0.01	0.44	0.06	0.01	0.11	3.55	<0.05	0.008
0/4	2.33	0.53	0.64	41.5	10.67	0.04	0.02	0.08	0.06	0.02	44.0	<0.05	0.017
3/8	0.60	0.18	0.19	44.7	9.06	0.18	0.01	0.04	0.02	0.01	44.9	<0.05	0.013
8/15	0.38	0.15	0.16	44.4	9.65	0.14	0.01	0.02	0.01	0.01	45.1	<0.05	0.013

Tableau II.5. Propriétés physiques des granulats utilisés

Propriétés	Granulats utilisés				Réglementation d'essai
	8/15	3/8	0/4	0/1	
Masse volumique absolue (g/cm ³)	2.81	2.84	2.76	2.66	P 18-558 P 18-559
Masse volumique réelle (g/cm ³)	1.52	1.46	1.44	1.46	EN 1097-6
Taux d'absorption(%)	1.14	1.47	0.39	0.22	EN 1097-6 P 18-554
Teneur en eau (%)	0.00	0.00	1.11	0.30	P 18-554 P 18-555
Porosité (%)	2.83	3.35	-	-	P 18-554
Propreté superficielle(%)	1.0	1.9	-	-	P 18-591
Coefficient d'aplatissement	8.24	10.03			NF EN 933-3/A1
Los Angeles(%)	20.82	24.48	-	-	NF EN 1097-2 P 18-573
Equivalent de sable(%)	-	-	63.56	74.35	NF EN 933-8
Quantité d'argile					P 18-595
la valeur de bleu de méthylène de la fraction 0/2 mm	-	-	0.33	0.50	NF EN 933-9
Micro-Deval	18.2	18.5	-	-	P 18-572 NF EN 1097-1

II.2.3. Eau de gâchage

Pour le gâchage, nous avons utilisé l'eau du réseau d'eau potable.

Tableau II.6. Propriétés physique et chimiques d'eau de robinet.

Paramètre	eau de robinet	Réglementation
Température (°C)	23	-
Ion de sodium (mg/l)	89.03	-
PH	8.0	ISO 4316
Sulfate (mg/l)	96	ISO 9280
Calcium (mg/l)	50.1	-
Chlorure (mg/l)	124	ISO 9297
Ion de magnésium (mg/l)	16.8	-
Alcalinité (mg/l)	114	ISO 9963-2
Bicarbonate (mg/l)	139.20	-
Phosphate (mg/l)	0	-

II.2.4. Adjuvant

L'adjuvant utilisé «TEMPO 12», est un superplastifiant/haut réducteur d'eau polyvalent, de nouvelle génération non chloré à base de copolymère acrylique, d'extrait sec 30%, de couleur brun clair et de PH = 4,5-6,5.

II.3. Composition des matériaux

II.3.1. Pâte de ciment

Les pâtes de ciment ont été fabriquées avec les deux types de ciments (CPJ-CEM II-42.5 et CRS-CEM I-42.5) avec un rapport E/C 0,48.



Figure II.4. Préparation la pâte de ciment (Lafarge HOLCIM)

II.3.2. Béton

II.3.2.1. Formulation des bétons

Une formulation de béton ordinaire a été retenue, pour les deux types de ciment (CPJ-CEM II-42.5, CRS-CEM I-42.5), déterminée par la méthode Dreux Gorisse, tout en optimisant le diamètre maximal des gros granulats [5]. En total, deux bétons ont été fabriqués avec un rapport E/C constant égale à 0.48, leur composition est donnée dans le tableau II.7. La caractérisation à l'état frais des bétons ordinaires s'est limitée aux essais recommandés par l'EN 12350,1999 : étalement au cône d'Abrams (NFP 18-451), la teneur en air (NF EN 12350-7), et la densité fraîche (NF EN 12350-6), sont données dans le tableau II.8.

Tableau II.7. Les proportions de mélange (kg / m³)

eau	ciment	Sable 0/1	Sable 0/4	Gravier 3/8	Gravier 8/15	Superplastifiant
209.97	400	184.37	621.13	279.74	666.88	3.20

Tableau II.8. Propriétés frais des bétons

	Slump (cm)	Teneur en air (%)	Densité fraîche (Kg/m ³)
Béton1 (CRS)	22.5	2.8	2420
Béton2 (CEM II)	21	3.4	2390

Les constituants du béton ont été introduits dans le malaxeur par ordre décroissant de granulométrie et ont été mélangés à sec pendant 30 secondes. L'eau a été ensuite introduite pendant 1 minute et le malaxage poursuivi durant 3 minutes. La mise en place du béton a été réalisée conformément aux normes françaises NFP 18-404 (« Bétons - Essai d'étude, de convenance et de contrôle - Confection et conservation des corps d'épreuve ») et NFP 18-422 (« Bétons - Mise en place par aiguille vibrante »).



Figure II.5. Malaxeur à béton (Lafarge HOLCIM)

II.3.2.2. Confection des échantillons

Les éprouvettes ont été confectionnées par 40 gâchées d'environ 30 litres chacune.

Pour les différents essais, on a coulés :

- Des éprouvettes cylindriques trouées (15x30cm) ont été coulées dans les moules avec des barres rondes (PVC de diamètre de 11 cm), permettant d'obtenir ainsi la forme d'un cylindre troué (10x15cm) (Figure II.6) ;
- des éprouvettes cubiques (15x15cm) (figure II.7) ;
- prismatiques (7x7x28cm) (figure II.8) ;
- et autres cylindriques (5x10cm) (figure II.9).



Figure II.6. Éprouvettes cylindriques évidés (15x30cm)



Figure II.7. Éprouvettes cubiques (15x15cm)



Figure II.8. Éprouvettes prismatiques (7x7x28cm)

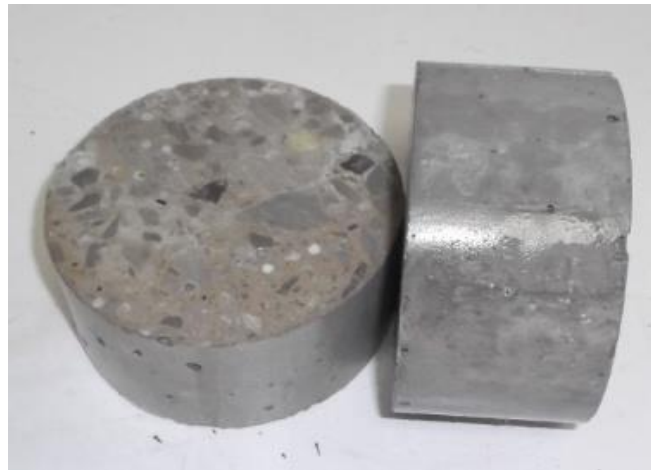


Figure II.9. Éprouvettes cylindriques (5x10cm)

II.3.2.3. Mode de conservation des bétons

Toutes les éprouvettes utilisées dans cette campagne expérimentale ont suivi la même cure et le même conditionnement conformément à la norme NFP 18-404 et aux recommandations de l'AFPC-AFREM.

Tous les spécimens ont été démoulés après 24 h, puis été exposées au milieu liquide (de l'eau potable et une solution à 0,5% de CaSO_4) pendant 364 jours à la température de laboratoire de $20 \pm 1^\circ \text{C}$.



Figure II.10. Conservation des échantillons dans l'eau potable (Lafarge HOLCIM)



Figure II.11. Conservation des échantillons dans l'eau séléniteuse (Lafarge HOLCIM)

II.4. Outils expérimentaux

II.4.1. Mesure des résistances mécaniques

La résistance en compression des bétons a été mesurée sur des éprouvettes cubiques 15x15 cm. L'effort est appliqué par une presse hydraulique de 3000 KN (figure II.12), selon to EN 12390-4 :2000 [101].



Figure II.12. Presse hydraulique mesure la compression (Lafarge HOLCIM)

La résistance en traction par flexion 4 points est également mesurée sur des éprouvettes prismatiques $7 \times 7 \times 22$ cm. L'effort est appliqué par une presse hydraulique de 50.2 KN de capacité (figure II.13), selon EN 12390-5 :2000 [102].



Figure II.13. Presse hydraulique mesure la flexion 4 point (Lafarge HOLCIM)

II.4.2. La perméabilité à l'oxygène

Cet essai consiste à soumettre un corps d'épreuve cylindrique à un gradient de pression constant. La perméabilité est déterminée à partir de la mesure du flux en régime permanent.

Le dispositif de mesure de la perméabilité est de type TALAH [103] (figure II.14). Les éprouvettes testées sont protégées latéralement et confinées verticalement, ce qui assure un écoulement radial unidirectionnel de l'oxygène.

Pour mesurer la perméabilité des bétons, on confectionne des éprouvettes cylindriques $\Phi 15 \times 30$ cm sur lesquelles sont découpés des échantillons cylindriques $\phi 15 \times 10$ cm.

L'essai est effectué sur trois éprouvettes simultanément.

Les éprouvettes sont d'abord séchées dans une étuve à 105 °C jusqu'à stabilisation de la masse pendant 48 heures. Les éprouvettes étuvées sont conservées dans des sacs étanches pendant 24 h avant de réaliser l'essai. Les essais doivent être réalisés 24h après leur sortie du four. Cela permet de conserver les mêmes conditions hydriques pour toutes les éprouvettes.

Pour chaque éprouvette, il convient de procéder à trois pressions absolues : 2,3 et 4 bars.



Figure II.14. Dispositif de mesure de la perméabilité à l'oxygène – USTHB, Alger

La détermination de la perméabilité intrinsèque K_{int} (m^2) est évaluée à partir de la mesure de l'évolution de la perméabilité apparente K_a (m^2) en fonction de l'inverse de la pression moyenne donnée par l'équation II.1.

$$K_a = (2 \cdot Q \cdot P_{atm})(R_2^2 - R_1^2)\mu / (P^2 - P_{atm}^2)\pi \cdot h \cdot (R_2 + R_1) \quad (II.1)$$

Où : Voir figure II.15.

L : l'épaisseur de l'échantillon (m) ;

A : la section en coupe transversale (m²)

H : épaisseur de l'échantillon (m);

L : R₂-R₁: longueur de la section d'échantillon traversée par le flux (m);

R₁ : rayon intérieur;

R₂ : rayon extérieur;

Q : est le débit volumique à l'entrée (cm³ s⁻¹) ;

μ : la viscosité dynamique de l'oxygène à 20°C±2°C égale à 2,02.10⁻⁵ Pa ;

P : la pression absolue à l'entrée (bar) ;

P_{atm} : la pression atmosphérique (bar).

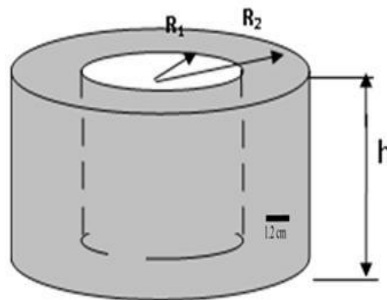


Figure II.15. Échantillon étudié

Pour obtenir la valeur de la perméabilité intrinsèque K_{int} qui ne correspond qu'à l'écoulement visqueux du fluide percolant, nous avons utilisé l'approche de Klinkenberg [104] qui détermine la perméabilité intrinsèque à partir d'une régression linéaire des différentes mesures de perméabilité apparentes effectuées pour différentes pressions d'injection selon l'inverse de la pression moyenne (moyenne entre la pression atmosphérique et la pression d'admission du gaz) [105]. La perméabilité intrinsèque K_{int} est la valeur limite de la perméabilité apparente lorsque la pression moyenne du fluide tend vers l'infini, c'est-à-dire lorsque le gaz tend vers une phase condensée (liquide) [106]. Elle est définie comme suit :

$$K = K_{int} \left(1 + \frac{\beta}{P_{moy}} \right) \quad (\text{II.2})$$

avec

$$P_{moy} = \frac{P_0 + P_{atm}}{2} \quad (\text{II.3})$$

Avec β le coefficient de Klinkenberg, P_0 est la pression atmosphérique et $\beta.K_{int}$ est la pente de la droite de klinkenberg.

II.4.3. La perméabilité aux ions chlores

Le test rapide de perméabilité aux ions chlore (RCPT) a été effectué pour évaluer la qualité

du béton selon ASTM C 1202 [107]. Cette méthode d'essai consiste à surveiller la quantité de courant électrique passant à travers 50 mm. Épaisses tranches de carottes ou des cylindres diamètre nominal de 100 mm pendant une période de six heures. Une différence de potentiel de 60 V en courant continu est maintenue à travers les extrémités de l'éprouvette, dont l'un est immergé dans une solution de chlorure de sodium, l'autre à une solution d'hydroxyde de sodium. La charge totale passée, en coulombs, a été trouvée pour être liée à la résistance de l'échantillon à la pénétration des ions chlorure.



Figure II.16. Dispositif de mesure de la perméabilité aux ions chlorure – USTHB, Alger

La formule suivante, en fonction de la règle du trapèze, peut être utilisée avec un calculateur électronique pour effectuer l'intégration :

$$Q = 900 (I_0 + 2I_{30} + 2I_{60} + \dots + 2I_{300} + 2I_{330} + I_{360}) \quad (\text{II.4})$$

Où: (le courant est enregistré à intervalles de 30 minutes)

Q: charge passée (coulombs),

I_0 : courant (ampères) immédiatement après la tension est appliquée, et

I_t : courant (ampères) à t min après la tension est appliquée.

Les résultats numériques (charge totale passée, en coulombs) de cette méthode d'essai doivent être utilisés avec prudence, notamment dans des applications telles que le contrôle de qualité et les tests d'acceptation. Les termes qualitatifs dans la colonne de droite du tableau II.9 doivent être utilisés dans la plupart des cas, sauf indication contraire par l'agence de spécification.

Tableau II.9. Pénétration des ions chlore basée sur la charge passante

Charge passée (coulombs)	Pénétration des ions chlore
> 4000	Elevée
> 2000-4000	Moyenne
>1000-2000	Faible
100-1000	Très faible
<100	Négligeable

On peut également déterminer à partir de la lecture actuelle initiale, la résistance du disque à partir de la loi d'Ohm:

$$R = \frac{V}{I} \quad (\text{II.5})$$

Où :

R : la résistance ;

V : la tension ;

I : le courant.

La résistivité est déterminée à partir de:

$$\rho = \frac{RA}{l} \quad (\text{II.6})$$

Où :

A : l'air du disque ;

l : l'épaisseur du disque.

II.4.4. Variation de masse

Des éprouvettes cubiques 150x150 mm de bétons ont été confectionnées selon la norme NF P 18-404, conservées pendant 365 jours dans les deux milieux (eau de robinet, eau séléniteuse) à une température ambiante.

Après le démoulage, les éprouvettes sont pesées pour déterminer la masse des échantillons de béton avant leur conservation. Les éprouvettes sont nettoyées 3 fois avec de l'eau distillée pour éliminer la couche superficielle de béton. Après une demi-heure, une pesée est enregistrée. La balance utilisée était de précision 0,01 gr. Cette opération est effectuée chaque trois mois pendant 365 jours.

Après la détermination de la masse de tous les bétons, la variation de masse des éprouvettes a été calculée selon l'équation suivante II.7 :

$$\text{Mass Variation (\%)} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100 \quad (\text{II.7})$$

Où : m_2 est la masse de l'échantillon au moment de l'essai ;

et m_1 est la masse du même échantillon à l'âge initial.

II.4.5. Porosimétrie par intrusion de mercure (MIP)

La porosimétrie au mercure est un instrument d'investigation des milieux poreux. La méthode consiste à faire pénétrer le mercure dans les pores du matériau sous pression croissante. Le mercure est, vis à vis du quasi totalité des solides, un fluide non mouillant, c'est à dire qu'il ne pénètre pas spontanément dans la porosité comme le ferait l'eau par exemple. Ceci permet de contrôler l'injection au moyen de la pression. A mesure que la pression augmente, le mercure occupe des régions de plus en plus confinées de la porosité, remplissant des pores de plus en plus fins [108].

La porosimétrie au mercure est basée sur la loi capillaire régissant la pénétration du liquide dans les petits pores. Cette loi, dans le cas d'un liquide non mouillant comme le mercure, est exprimée par l'équation de Washburn :

$$D = \left(\frac{1}{P}\right) 4 \gamma \cos\theta \quad (\text{II.8})$$

Où : D est le diamètre de pore, P est la pression appliquée, γ est la tension superficielle du mercure, et θ l'angle de contact du ménisque solide/mercure, tous dans des unités cohérentes. Le volume de mercure V injecté correspond au volume cumulé des pores accessibles au mercure à une pression donnée. Cette P-V information constitue une caractérisation unique de la structure des pores.

L'équation de Washburn assume sur un modèle de pores cylindriques.

Le réseau poreux d'une roche ou d'un béton présente une géométrie complexe, et la porosimétrie au mercure, avec l'équation simplifiée de pores cylindriques, donne donc une mesure du rayon d'accès au pore, qui n'est pas nécessairement égale au rayon du pore lui-même.

A l'université Da Beira Interior, les mesures ont été réalisées avec un porosimètre de type **AutoPore IV 9500 V1.07** (figure II.17), couvrant une gamme de pores allant de 0,005 μm à 360 μm , et pouvant aller jusqu'à une pression supérieure à 228 MPa.

Les échantillons utilisés dans notre étude sont des petites portions en béton (vers 6g). Ces échantillons sont séchés avant l'essai à une température de 80° jusqu'à stabilisation de la masse. Pendant l'essai, les échantillons sont injectés de mercure par paliers de pression.



Figure II.17. Dispositif de mesure de la porosité au mercure (UBI-Portugal)

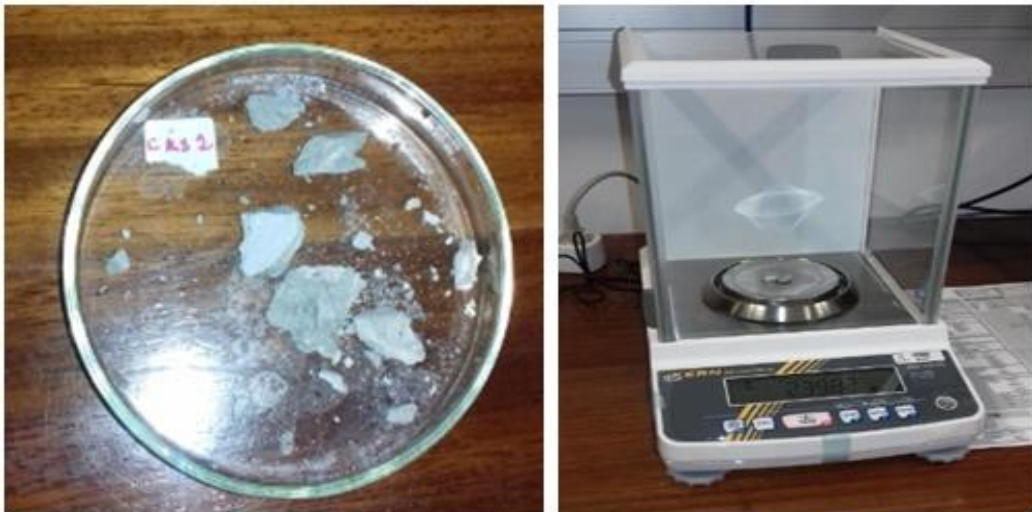


Figure II.18. Préparation de l'échantillon pour l'essai de MIP – UBI, Portugal

II.4.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)

La thermogravimétrie est une technique mesurant la variation de masse d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée. Cette variation peut être une perte de masse (émission de vapeur ou de gaz) ou un gain de masse (fixation de gaz, oxydation...).

La procédure pour mesurer l'ATG des bétons est la suivante :

- Des échantillons représentatifs de 100mg sont cassés en petits morceaux à l'aide d'un marteau, puis les conservés dans des coupelles en plastique.
- Les morceaux sont ensuite broyés dans un broyeur à billes et passés dans un tamis de 75 microns.
- Le creuset de platine thermogravimétrique est rempli avec l'échantillon en poudre séché (entre 6 et 9 mg).
- Dans le four, l'échantillon est placé sous un léger flux d'Helium (40 mL/min).
- L'échantillon est soumis à une montée en température de 20°C à 1000°C à 20°C/min.
- Les changements de masse sont enregistrés en fonction de la température.

Le test nécessite environ 50 minutes pour obtenir un thermogramme pour un échantillon.

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est réalisée à l'aide d'un appareil nommé TGA Q50 V6.5 Build 196 dans le laboratoire de la durabilité à l'université Da Beira Interior (Portugal) (figure II.19). Les résultats sont ensuite dérivés grâce à un logiciel pour obtenir la courbe différentielle de l'analyse thermogravimétrique (ATG), qui permet d'identifier la nature des produits décomposés.



Figure II.19. Dispositif utilisé pour l'analyse thermogravimétrique – UBI, Portugal



Figure II.20. Préparation des échantillons pour l'ATG

II.4.7. Analyse thermogravimétrique (ATG) et analyse thermodynamique (ATD)

Les analyses thermogravimétrique et thermodynamique sont réalisées à l'aide d'un appareil NETZSCH STA 409PC/PG (figure II.21). L'ATD permet de déterminer les variations d'enthalpie des composés. Différents échantillons de pâte de ciment sont conservés dans les deux milieux. Ils ont ensuite été protégés et conservés dans des flacons plastiques hermétiques. Chaque échantillon est soumis à un cycle de chauffage dont on contrôle la vitesse de chauffage et les paliers de température sous atmosphère azotée. La mesure du flux de chaleur entrant et sortant de l'échantillon permet de déterminer les plages de températures où ont lieu des changements de phases [109].

Les essais d'ATG sont réalisés en même temps que l'ATD. Ils permettent de mesurer la variation de la masse au cours du chauffage, et ainsi de connaître la variation de masse pour chaque changement d'état.

Le dispositif expérimental est constitué d'une thermobalance (ou analyseur simultané), d'un échantillon de pâte broyée et d'un creuset en alumine. Ensuite, une masse de 80 mg environ est placée dans le creuset du dispositif et pesée avec précision. Ce dispositif permet d'effectuer simultanément l'essai ATG et l'essai ATD. Le programme prévoit une montée en température linéaire avec une vitesse de 10°C/min depuis la température ambiante jusqu'à 1000°C.



Figure II.21. Dispositif ATD / ATG (URMPE M'hamed Bougara, Boumerdes)

II.5. Conclusion

Dans le cadre de cette campagne expérimentale, l'objectif est de comparer le comportement des bétons ordinaires à base de deux types de ciment (CPJ-CEM II-42.5, CRS-CEM I-42.5) travaillants dans les milieux agressifs.

Pour cela, dans un premier temps, une seule formulation de béton ordinaire a été mise au point pour les deux types de ciments (CEMI et CEMII). Des éprouvettes ont été confectionnées (cubiques, cylindriques, prismatiques..) pour les différents essais, puis elles ont été conservées dans deux milieux (eaux de robinet, eau séléniteuse) pendant 364 jours à la température de laboratoire de $20\pm 1^{\circ}\text{C}$.

Par la suite, ces bétons vont être caractérisés par le biais d'indicateurs de durabilité suivants :

- Mesure des résistances mécaniques ;
- La perméabilité à l'oxygène ;
- La perméabilité aux ions chlores ;
- Variation de masse ;
- Porosimétrie par intrusion de mercure (MIP) ;
- Analyse thermogravimétrique (ATG) et thermodifférentielle (ATD).

Les essais de durabilité sont réalisés après 28 jours de conservation et après chaque trois mois pour tous les bétons. Les résultats sont présentés et discutés dans les deux chapitres suivants.

Chapitre III

Resultats des indicateurs de durabilite

Introduction

Suite à la caractérisation des matériaux utilisés présentée dans le chapitre précédent, nous allons maintenant étudier les propriétés des bétons formulés. L'un des objectifs de cette étude est d'étudier la durabilité de ces bétons vis-à-vis l'attaque sulfatique, puis de démontrer que les bétons à base de ciment CEMI-42.5 CRS peut être considéré comme des bétons résistants et imperméables et se comportent sans signe d'altération.

Une étude macroscopique a été menée pour suivre les indicateurs macroscopiques de la durabilité pour tous les bétons. Cette étude englobe : l'évolution de la résistance à la compression et à la flexion des différents bétons, la mesure de la variation de la masse des échantillons, l'évolution de la perméabilité aux gaz et la perméabilité aux ions chlore des éprouvettes. Tous les essais mentionnés ont été effectués aux échéances 28, 90, 180, 270 et 365 jours. Ce chapitre rapporte en détail les résultats expérimentaux obtenus et leurs discussions lors de notre étude.

III.1. Résistance en compression

Les résistances mécaniques élevées représentent un bonus de la formulation des bétons ordinaires, il se trouve aussi que c'est l'une des performances qui pourront nous renseigner sur la durabilité des bétons.

Le tableau suivant III.1 présente les résistances en compression obtenues pendant 365 jours et après l'émersion totale dans les deux milieux pour l'ensemble des bétons testés. Les résultats de la résistance à la compression du béton dans les deux environnements ont été calculés comme étant la moyenne des trois mesures pour tous les mélanges.

Tableau III.1. Résistance à la compression

Jours	Résistance du béton à base de CRS (MPa)		Résistance du béton à base de CEMII-42.5 (MPa)	
	Milieu saint	Milieu agressif	Milieu saint	Milieu agressif
2	30.84	26.24	28.20	25.58
7	42.20	43.71	44.97	39.36
28	54.02	43.07	48.50	41.94
90	61.13	50.94	57.58	45.45
180	62.30	53.66	61.94	48.03
270	66.26	59.13	65.10	55.38
365	68.48	55.39	66.80	35.84

Diverses études comparent l'évolution de la résistance à la compression des bétons à base de CRS à celle des bétons à base des ciments ordinaires. Ces auteurs observent une accélération de la résistance à la compression. Ceci est expliqué par l'hydratation continue des produits anhydres de ciment et à la réaction de CaSO_4 avec $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pour former le gypse et l'ettringite, qui remplit les micropores menant à une structure plus dense, ce qui influe positivement sur la résistance mécanique.

Les résultats de la résistance à la compression par rapport à l'âge du béton dans les deux milieux sont rassemblées dans la figure III.1.

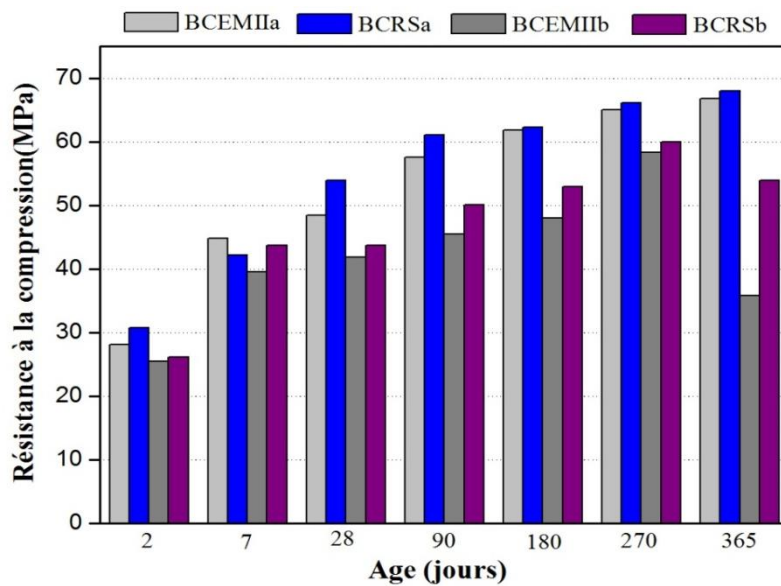


Figure III.1 Evolution de la résistance en compression des bétons étudiés

III.1.1. Dans l'eau de robinet

La figure III.2 présente les résultats de l'évolution des résistances à la compression des bétons testés dans l'eau de robinet.

Dans ce milieu d'exposition, les deux bétons s'évaluent progressivement avec le temps jusqu'aux 365 jours avec une moyenne de résistance 67,4 MPa.

La bonne résistance de compression des deux bétons à long terme indique que la formulation optée dans cette étude est bonne et conforme à la demande envisagée.

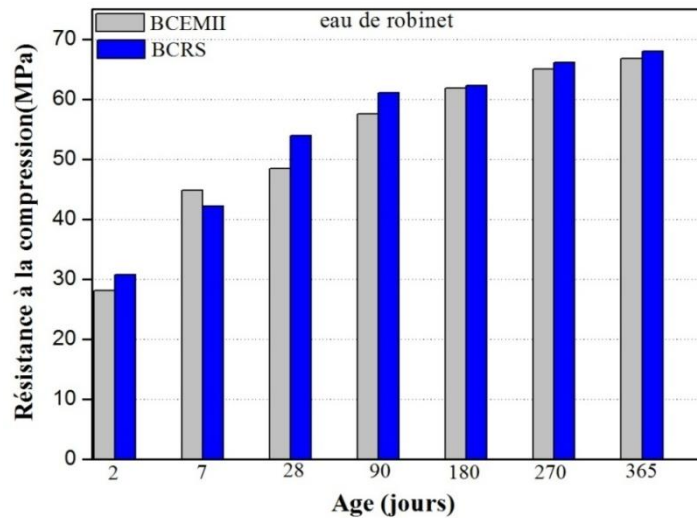


Figure III.2. Résistance en compression des éprouvettes de béton conservées dans l'eau de robinet

III.1.2. Dans l'eau séléniteuse

La figure III.3 présente les résultats de l'évolution des résistances à la compression des bétons testés dans l'eau séléniteuse.

Nous observons que la résistance à la compression des deux bétons augmente progressivement avec le temps d'exposition (jusqu'à 270 jours). Cela peut être attribué à l'hydratation continue des produits de ciment anhydres, ce qui diminue le volume des micropores conduisant à une structure plus dense, qui influence positivement la résistance mécanique.

A 365 jours, les bétons BCEMII présentent une baisse de résistance importante, qui peut être expliquée par l'effet d'expansion causé par l'attaque des sulfates.

Les sulfates, qui sont des sels minéraux, réagissent avec l'hydrate de aluminat de tricalcium (C_3A) de la pâte de ciment durcie pour former l'étringite qui, en présence d'humidité, se dilate pour occuper un volume plus important dans le béton [110]. Cela est conforme aux résultats obtenus par des autres chercheurs [111, 112]. Par contre, les bétons les plus performants sont les BCRSb, ce qui indique que les hydrates de ce ciment remplissent la quasi totalité des vides de la matrice cimentaire, et par conséquent renforcent la structure interne du béton [113].

Nous constatons que les bétons les moins résistants aux différentes expositions sulfatées sont ceux à base de ciment CEM II/A 42,5. Les bétons qui sont à base de ciment CEM I 42,5

résistent aux sulfates et se comportent sans signe d'altération face aux attaques sulfatiques.

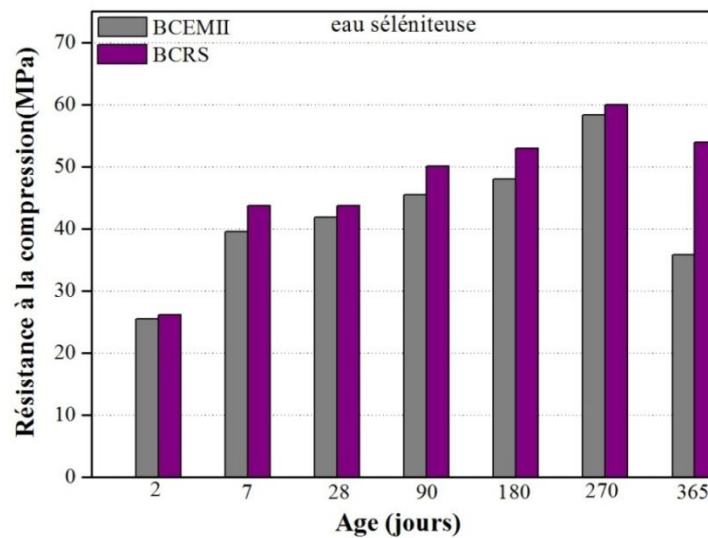


Figure III.3 Résistance à la compression des éprouvettes de béton conservées dans l'eau séléniteuse

La résistance à la compression élevée représente un bonus de formulation des bétons ordinaires, il se trouve aussi que c'est l'une des performances qui pourront nous renseigner sur la durabilité des bétons.

III.2. Résistance en traction par flexion

Dans la littérature, il existe peu de résultats concernant l'évolution de la résistance en traction par flexion en fonction de types de ciments exposants des les milieux agressifs.

Le tableau suivant III.2 présente les résistances en flexion obtenues pendant 365 jours et après l'émersion totale dans les deux milieux pour l'ensemble des bétons testés. La résistance en flexion a été déterminée sur 3 éprouvettes pour les bétons.

Tableau III.2. Résistance à la flexion

Jours	Résistance du béton à base de CRS (MPa)		Résistance du béton à base de CEMII-42.5 (MPa)	
	Milieu saint	Milieu agressif	Milieu saint	Milieu agressif
2	5.20	5.60	6.80	6.15
7	6.17	6.13	7.52	6.10
28	6.85	6.00	7.98	5.93
90	8.35	9.03	8.01	7.59
180	8.93	9.45	8.32	9.55
270	8.36	13.89	8.30	13.08
365	8.41	11.80	8.80	9.58

Les résultats de la résistance à la flexion par rapport à l'âge du béton dans les deux milieux

sont présentées dans la figure III.4.

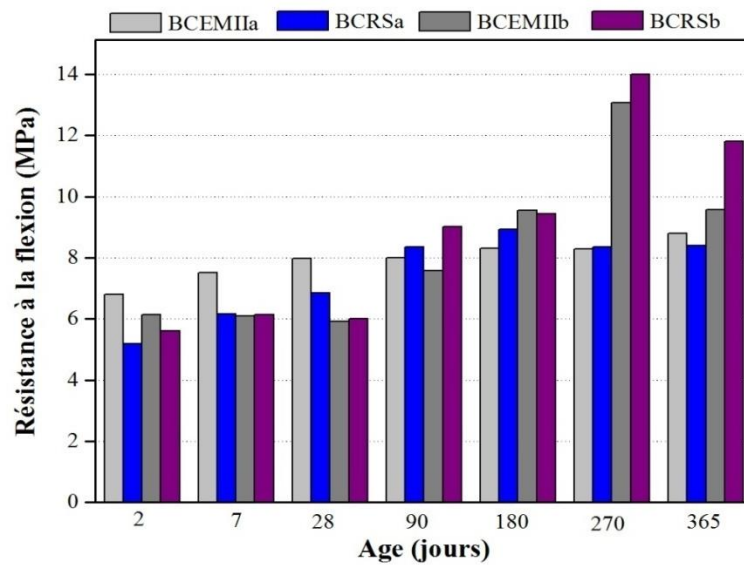


Figure III.4. Evolution de la résistance à la flexion des bétons étudiés

III.2.1. Dans l'eau de robinet

La figure III.5 présente le résultat de l'évolution de la résistance à la flexion des bétons exposés à l'eau de robinet.

Dans l'eau de robinet, nous pouvons remarquer que les résistances sont presque identiques dans toutes les échéances, et qu'elles évoluent progressivement avec le temps avec une petite différence entre les deux types de bétons.

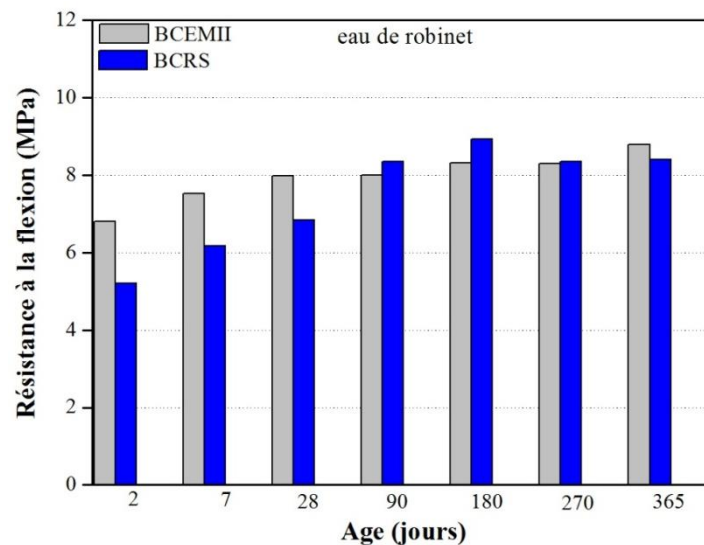


Figure III.5. Résistance à la flexion des éprouvettes de béton conservées dans l'eau de robinet

III.2.2. Dans l'eau séléniteuse

La figure III.6 présente le résultat de l'évolution de la résistance à la flexion des bétons exposés à l'eau séléniteuse.

A court terme les deux bétons présentent des valeurs de résistance à la flexion presque identique (6 MPa). A partir de 90 jours, la résistance des deux bétons est évoluée progressivement jusqu'à 270 jours où la résistance fortement améliorée avec une différence de 27% et 32% pour les BCEMII et BCRS respectivement. D'après les auteurs, la zone d'interphase (interface pâte-granulat) n'est pas une zone homogène et qu'elle est constituée de plusieurs couches. La plupart d'entre eux a décomposé cette zone en deux couches. Selon [114], la première couche se compose essentiellement de portlandite (couche de contact), c'est une couche très dense dont l'épaisseur est d'environ 2 à 3 μm . l'augmentation de la résistance en flexion est dû à la réaction de CaSO_4 avec $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (la couche de contact) pour former le gypse et l'ettringite, qui remplit les micropores menant à une structure plus dense, ce qui influe positivement sur la résistance mécanique [110,111].

Cependant, à 365 jours, la résistance du béton BCRS est diminuée avec une différence de 16%, mais elle reste supérieure à celle de BCEMII avec une différence de 29%. La deuxième couche de l'interphase est constituée de produits hydratés du ciment avec de gros cristaux de portlandite, une grande quantité de grains de Hadley et des C-S-H [115], la réaction entre le CaSO_4 et ces hydrates (de deux ciments) due à la diminution de la résistance en flexion.

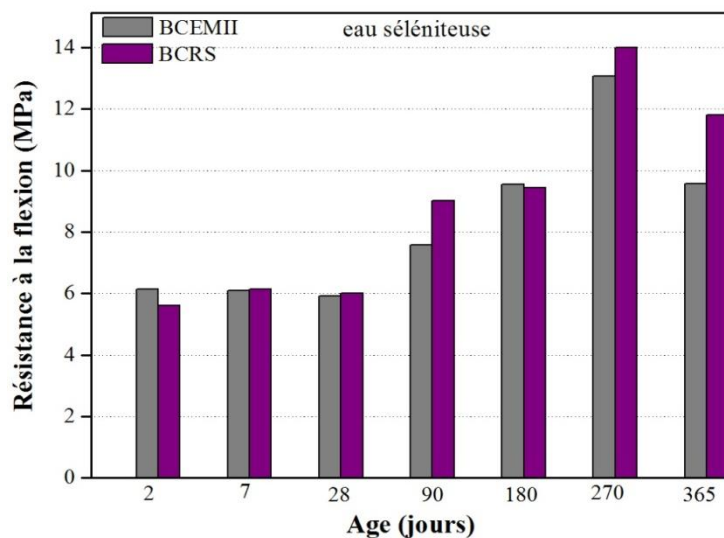


Figure III.6. Résistance à la flexion des éprouvettes de béton conservées dans l'eau séléniteuse

La durabilité des bétons exposés dans un milieu sulfatés est relative aux paramètres de composition du béton. Elle dépend plus particulièrement de la nature chimique du liant. Les résultats des résistances mécaniques montrent le rôle important du ciment CEMI CRS dans la durabilité des bétons.

III.3. Perméabilité à l'oxygène

La perméabilité au gaz constitue un indicateur de durabilité général qui mesure la capacité d'un matériau poreux à être traversé par un flux de gaz sous l'effet d'un gradient de pression.

La perméabilité à l'oxygène d'un matériau à matrice cimentaire est très importante du point de vue de leur durabilité. Elle est fonction principalement de son système de pores (taille des pores, volume des pores, connectivité, tortuosité), lui-même fonction du type de liant utilisé et de la présence de granulats.

III.3.1. La perméabilité apparente

Les résultats de la perméabilité apparente des bétons étudiés à la pression d'entrée 4 bars sont regroupés dans le Tableau III.3.

Tableau III.3. La perméabilité apparente des bétons étudiés à la pression d'entrée 4 bars

Jours	K _a des bétons à base de CRS (10 ⁻¹⁶ m ²)		K _a des bétons à base de CEMII- 42.5 (10 ⁻¹⁶ m ²)	
	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse
28	0.451	0.721	0.57	0.79
90	0.342	0.45	0.464	0.611
180	0.31	0.421	0.428	0.478
270	0.193	0.331	0.369	0.843
365	0.161	0.219	0.312	0.931

La figure III.7 présente l'évolution de la perméabilité apparente des bétons exposés dans les deux milieux (a : eau de robinet, b : eau séléniteuse). La figure III.7 montre bien l'effet de l'attaque sulfatique sur les bétons BCEM II, qui se traduit par une très forte augmentation de la perméabilité. Ceci indique que ces bétons présentent une structure poreuse plus complexe en termes de connectivité et de tortuosité. En ce qui concerne les bétons à base de CEM I, la perméabilité augmente un peu à court terme, puis elle diminue avec le temps, ceci confirme bien que les bétons à base de CEM I ne réagissent pas significativement.

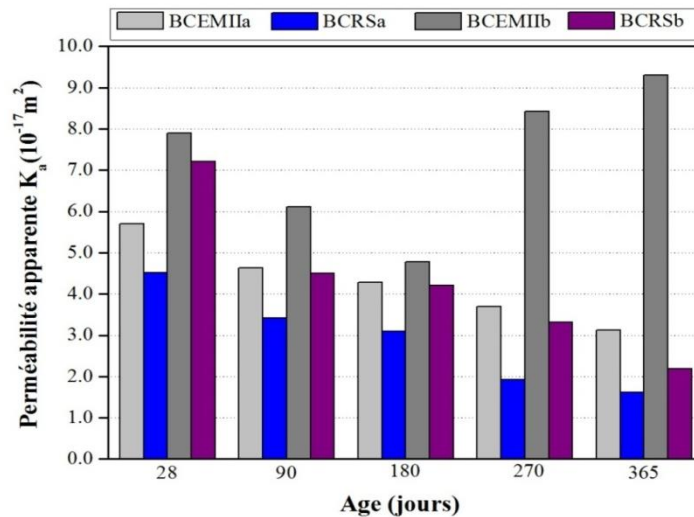


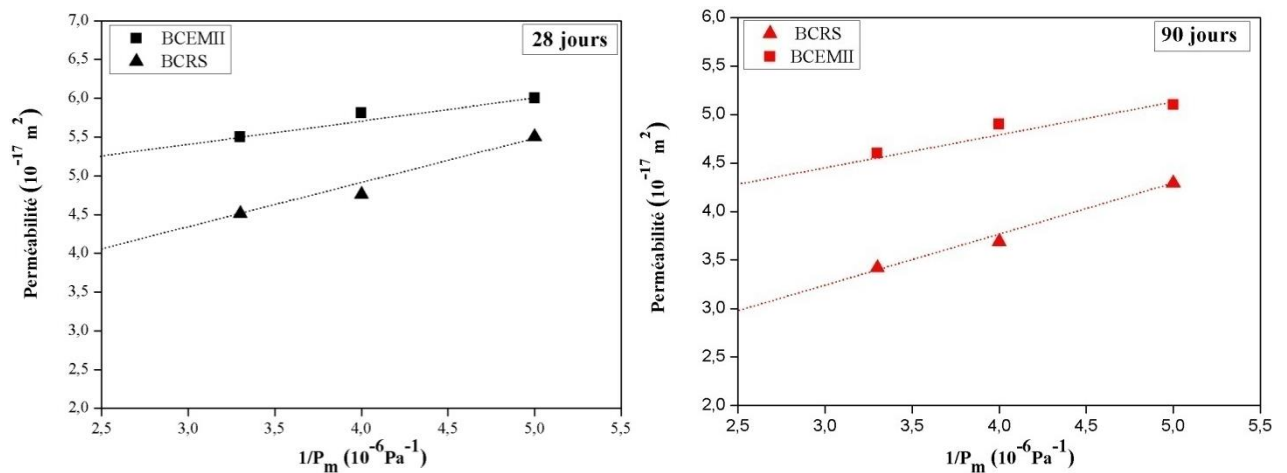
Figure III.7. Évolution de la perméabilité apparente des bétons exposés dans les deux milieux

III.3.1.1. Dans l'eau de robinet

Les résultats de la perméabilité à l'oxygène en fonction de l'inverse de la pression moyenne d'essai (P_m) des deux bétons BCRS et BCEMII exposés à l'eau de robinet, sont présentés sur la Figure III.8.

D'après la figure, on remarque que la perméabilité varie de manière significative avec le temps.

Nous pouvons observer que le béton BCEMII présente un comportement très voisin par rapport aux deux autres bétons BCRS dans ce milieu d'exposition, ce qui indique la bonne formulation et l'imperméabilité des bétons étudiés.



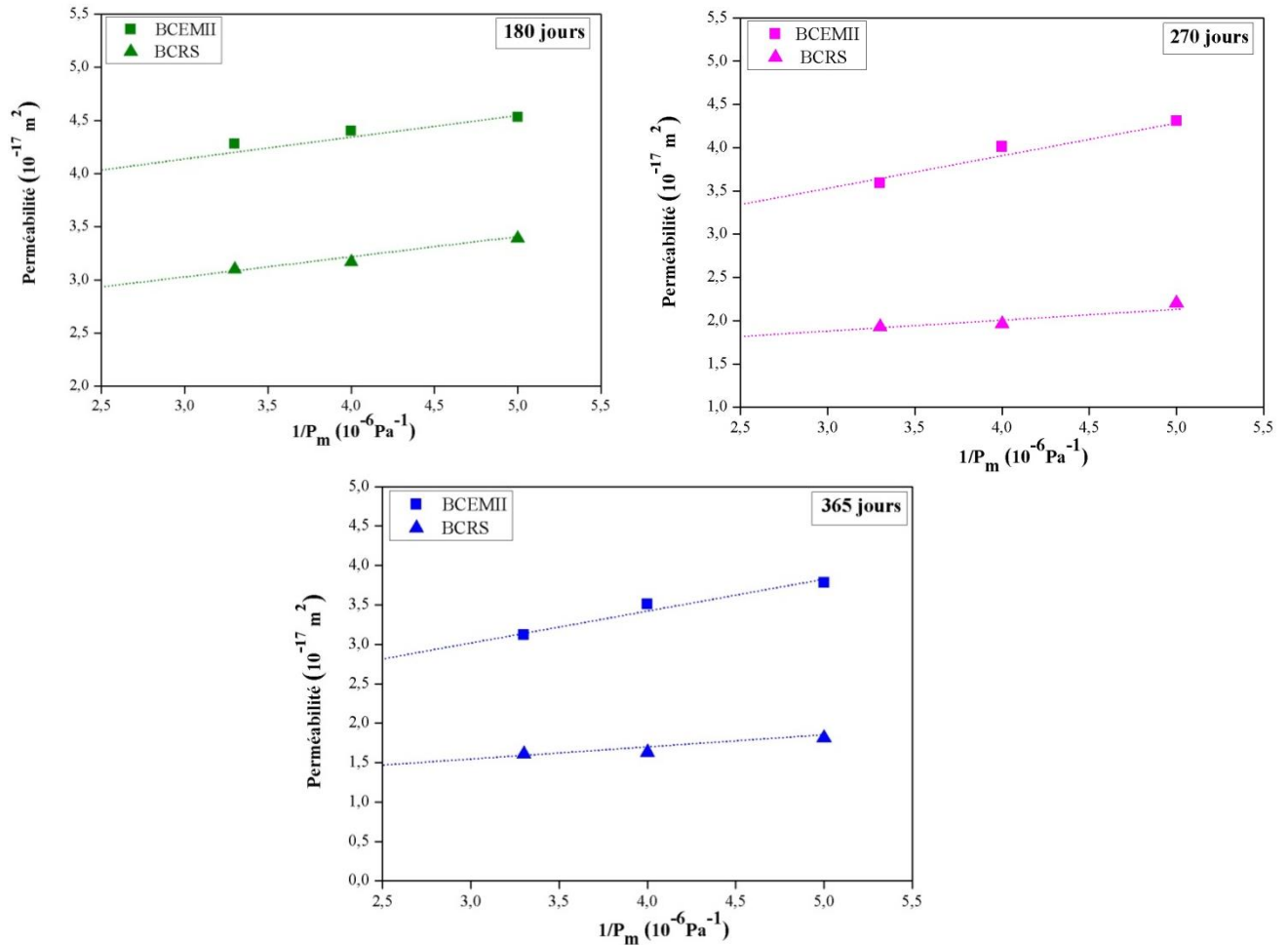


Figure III.8. Perméabilité à l'oxygène des bétons BCCEMII et BCRS exposés dans l'eau de robinet

III.3.1.2. Dans l'eau séléniteuse

Les résultats de la perméabilité à l'oxygène en fonction de l'inverse de la pression moyenne d'essai (P_m) des deux bétons BCRS et BCCEMII exposés à l'eau séléniteuse, sont présentés sur la Figure III.9.

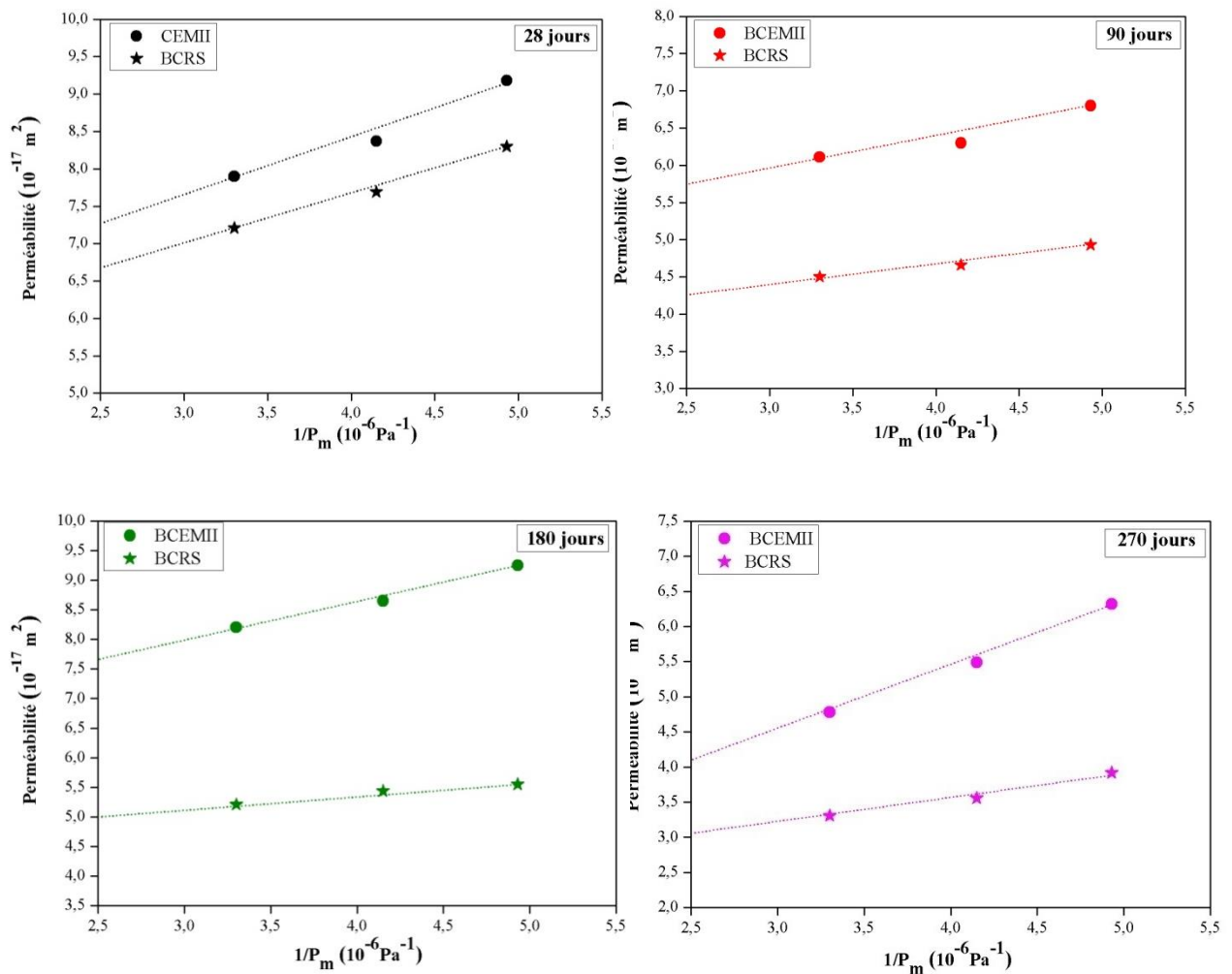
D'après les figures, on peut constater que les bétons BCCEMII présentent une perméabilité plus élevée que les bétons BCRS.

Dans le chapitre qui vient après (analyse microstructurale), on a montré que les bétons BCCEMII étaient ceux qui avaient la plus grande proportion de pores capillaires et des macropores. Le fait que les pores soient plus grands explique la perméabilité élevée obtenue pour ces bétons (ces résultats sont en concordance avec ceux obtenus en porosité mercure).

La valeur de la perméabilité extrêmement basse pour les bétons BCRS est due à la présence des pores diminutifs et incohérents dans la structure de pores compacte et dense. Lors de

l'attaque sulfatique et au fur et à mesure que l'hydratation progresse, les pores capillaires se transforment de plus en plus en forme sinueuse, à mesure que les pores interdépendants se ferment en raison de la production de C-S-H. Ainsi, l'amélioration de l'épaisseur des C-S-H entre les pores capillaires constitue une zone imperméable et donne lieu à une diminution continue de la perméabilité [116].

Les bétons BCRS présente une bonne performance à la perméabilité à l'oxygène, ces résultats ont confirmé les observations de la résistance à la compression et à la flexion. Nous pouvons considérer que ces bétons sont de performance équivalente vis-à-vis de la perméabilité à l'oxygène.



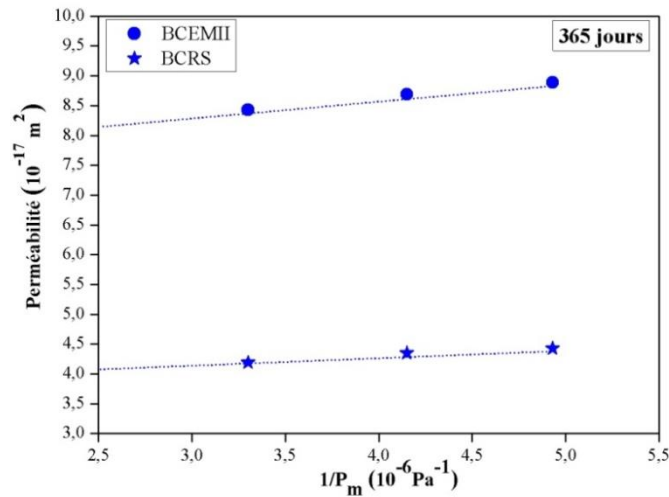


Figure III.9. Perméabilité à l'oxygène des bétons BCEMII et BCRS exposés dans l'eau séléniteuse

Les Figures III.8 et III.9 montrent la linéarité des perméabilités apparentes en fonction de l'inverse de la pression moyenne avec le perméamètre 'Talah'. Ce perméamètre présente une assez bonne cohérence de linéarité, et les droites de régression obtenues sont presque entièrement confondues.

III.3. 2. La perméabilité intrinsèque

La perméabilité intrinsèque des différents bétons a été déterminée à l'aide d'une régression linéaire sur un minimum de trois perméabilités apparentes définies par Klinkenberg [104].

Les perméabilités intrinsèques des bétons étudiés ont été déterminées sur la base de deux types de bétons. Elles sont données par le Tableau III.4 suivant :

Tableau III.4. Les perméabilités intrinsèques des bétons étudiés

Jours	K_i des bétons à base de CRS (10^{-17} m^2)		K_i des bétons à base de CEMII-42.5 (10^{-17} m^2)	
	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse
28	3.30	4.98	4.73	5.34
90	1.73	3.62	3.99	4.59
180	2.53	3.45	3.49	1.78
270	1.56	2.16	2.52	7.60
365	1.12	1.71	1.81	7.42

III.3.2.1. Dans l'eau de robinet

La Figure III.10 donne les valeurs de la perméabilité intrinsèque k_i des bétons dans l'eau de robinet. La valeur de la perméabilité intrinsèque des deux bétons diminue progressivement avec le temps jusqu'à 365 jours dans l'eau de robinet, ce qui confirme la bonne formulation et l'imperméabilité des bétons utilisés.

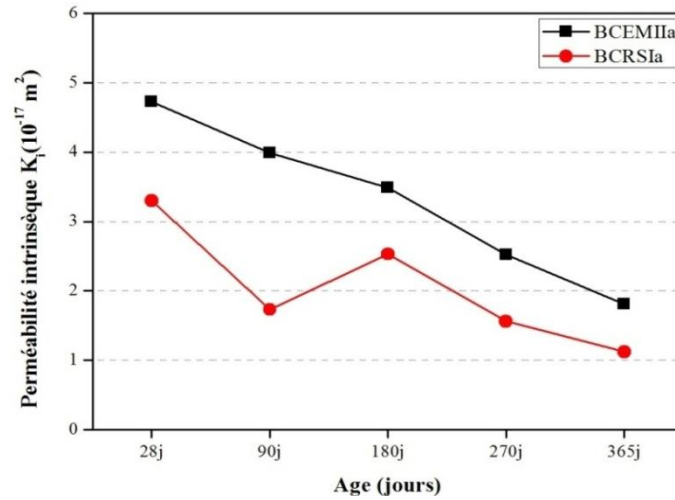


Figure III.10. Perméabilité intrinsèque des bétons BCEMII et BCRS exposés dans l'eau de robinet (a)

III.3.2.2. Dans l'eau séléniteuse

La Figure III.11 donne les valeurs de la perméabilité intrinsèque k_i des bétons dans l'eau séléniteuse.

Les BCRS présentent des bonnes valeurs de perméabilité intrinsèque. Ceci due aux hydrates du ciment CRS qui remplit les pores, qui résulte la densification de la matrice par voie conséquence, les propriétés de transfert sont limitées.

Les BCEMII présentent une bonne perméabilité à court terme. Au delà de 180 jours, la perméabilité intrinsèque est fortement augmentée, ceci peut être expliquée par la formation des produits volumineux, l'attaque des sulfates engendre une réaction chimique qui se produit en présence d'eau entre les ions de sulfate et l'aluminate de calcium hydraté C_3A et les éléments constitutifs de l'hydrate de calcium, ce qui remplit les pores de la pâte de ciment durci.

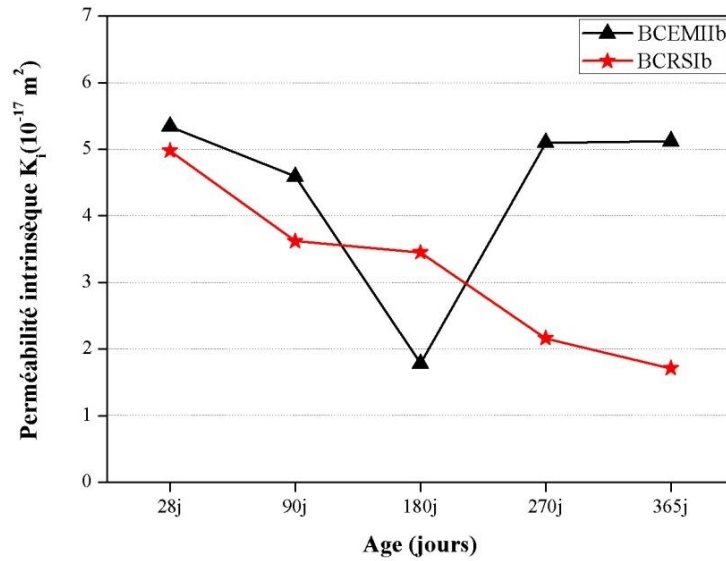


Figure III.11. Perméabilité intrinsèque des bétons BCEMII et BCRS exposés dans l'eau séléniteuse (b)

III.4. Perméabilité aux ions chlore

La durabilité du béton est déterminée par son imperméabilité [117, 118 et 119] et peut être expliquée par sa conductivité électrique conformément à la norme ASTM C1202-97 [120]. Si la charge du béton pendant la période de 6 heures est inférieure à $1\ 000 \text{ }^\circ \text{C}$, le béton présente une imperméabilité et une durabilité très élevées [121].

Les résultats de la charge (Q), la résistance (R), la résistivité (ρ) et la conductivité (σ) des bétons BCEMII et les bétons BCRS étudiés sont présentées dans les tableaux III.5 et III.6 respectivement.

Tableau III.5. Résultats de Q, R, ρ , et σ pour les bétons BCEMII

Jours	Q(C)		R (Ω)		ρ ($\Omega \text{ m}$)		σ (siemens)* 10^{-3}	
	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse
28	783	887	3.33	3	523	471	1.91	2.12
90	392	497	6.67	4.17	1047	655	0.95	1.53
180	228	364	7.47	6	1173	942	0.85	1.06
270	251	298	6.67	6.34	1047	995	1.005	0.95
365	241	396	4	5	628	485	2.06	1.59

Tableau III.6. Résultats de Q, R, ρ , et σ pour les bétons BCRS

Jours	Q(C)		R (Ω)		P (Ω m)		σ (siemens)* 10^{-3}	
	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse
28	747	699	3.33	4	523	628	1.91	1.59
90	392	455	5.11	4.61	802	724	1.25	1.38
180	164	240	10.9	7.71	1711	1210	0.58	0.83
270	171	216	10.24	8.57	1608	1345	0.62	0.74
365	169	247	12	4.62	1884	725	0.53	1.38

III.4.1. La charge passée

La figure III.12 présente la variation de la charge du courant des bétons en fonction du temps. En se référant au tableau III.7 qui donne une classification qualitative de la pénétration des ions chlore dans le béton, on constate que cette pénétration est très faibles (< 1000) pour tous les bétons et dans les deux milieux d'expositions (eau de robinet et eau séléniteuse).

De plus, les bétons à base de CEMI CRS offrent une perméabilité aux chlorures inférieure à celle des bétons à base de CEMII. Alors que tous les bétons présentent une imperméabilité et une durabilité très élevées [120].

Tableau III.7. Pénétration des ions chlore basée sur la charge passante

Charge passée (Coulombs)	Pénétration des ions chlore
> 4000	Elevée
> 2000-4000	Moyenne
>1000-2000	Faible
100-1000	Très faible
<100	négligeable

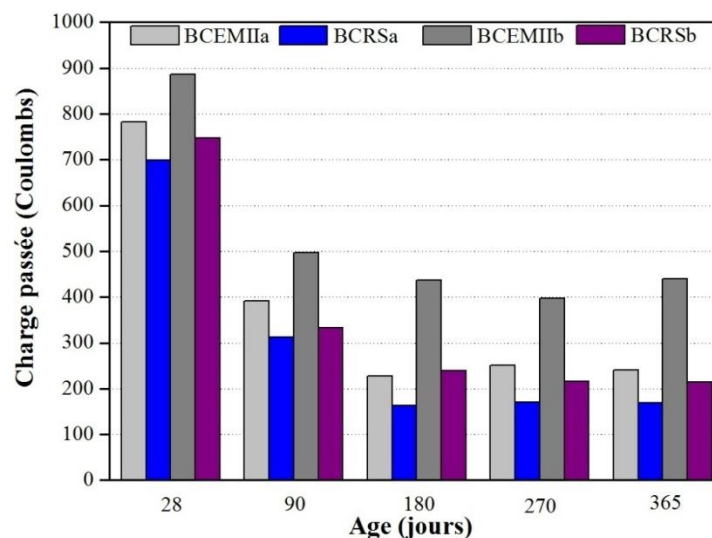


Figure III.12. Variation de la charge du courant électrique des bétons en fonction du temps.

III.4.2. L'intensité du courant

Le tableau III.8 présente l'intensité du courant à travers tous les bétons conservés pendant 365 jours dans les deux milieux en fonction du temps.

D'après les résultats, on remarque que l'intensité du courant augmente avec le temps de mesure, et que les bétons BCEMII présentent la plus grande valeur d'intensité du courant 18 mA à 360 minutes dans l'eau séléniteuse.

Tableau III.8. Résultats de l'intensité du courant (mA) à travers les bétons conservés à 365 j dans les deux milieux

Temps de mesure (min)	I (mA)			
	les bétons BCRS		les bétons BCEMII	
	Eau de robinet	Eau séléniteuse	Eau de robinet	Eau séléniteuse
1	5.0	8.1	7.0	12.0
30	6.3	9.0	8.0	14.0
60	6.9	10.1	9.1	15.0
90	7.2	10.3	10.1	16.1
120	7.1	11.0	10.6	16.3
150	7.5	11.6	11.2	16.5
180	7.8	12.3	11.5	16.8
210	8.3	12.5	12.5	17.0
240	8.6	12.6	12.6	17.4
270	8.7	12.8	12.8	17.6
300	8.9	13	12.9	17.9
330	9.2	13.2	13.0	18.0
360	9.5	13.2	13.1	18.0

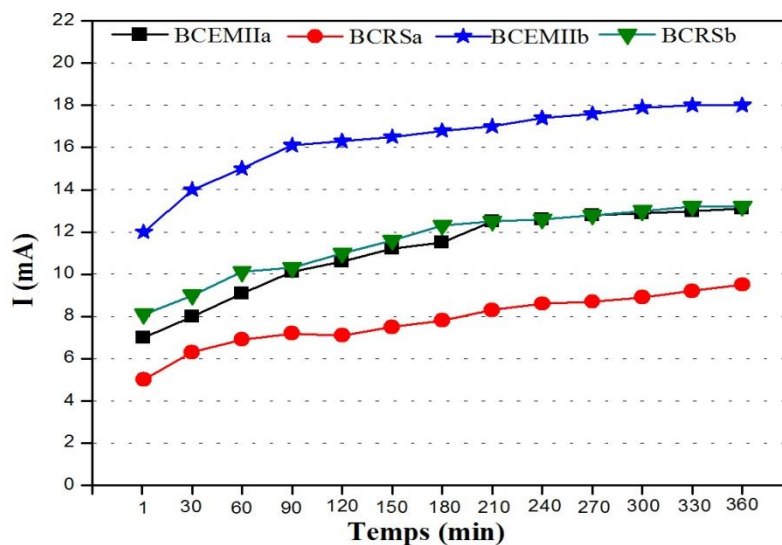


Figure III.13. Evolution de l'intensité du courant (mA) à travers les bétons conservés à 365 jours dans les deux milieux en fonction du temps.

III.4.3. La résistivité calculée

La résistivité électrique est l'inverse de la conductivité électrique, qui représente la capacité de la matière à mettre en mouvement les charges libres sous l'action d'un champ électrique. Pour un béton sain, la résistivité du béton est également un indicateur de durabilité lié à la résistance à pénétration des ions agressive.

La figure III.14 présente la relation entre la résistivité et la charge totale.

La figure montre que lorsque la résistivité accrue, la charge totale diminue. Les résistivités calculées en considérant le courant initial à un potentiel de 60 V ont également suivi une tendance similaire à celle de la charge totale.

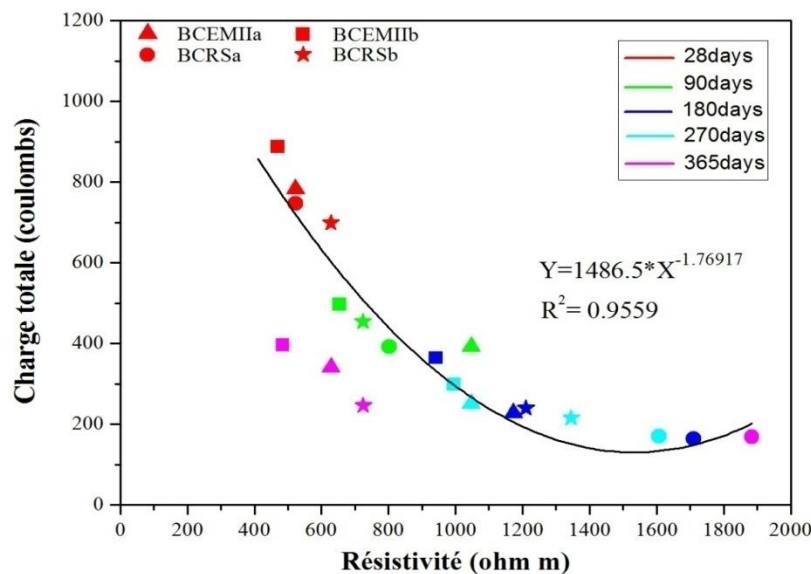


Figure III.14. Résistivité électrique des bétons étudiés.

III.4.4. Evolution de la température dans les solutions NaOH et NaCl à 365 jours

Les tableaux III.9 et III.10 présentent l'évolution de la température mesurée dans les deux solutions NaOH et NaCl respectivement.

Lors de la mesure du courant qui est passé à travers les extrémités de l'éprouvette, dont l'un est immergé dans une solution de chlorure de sodium, l'autre à une solution d'hydroxyde de sodium, on a mesuré la température des deux solutions chaque 30 minutes pendant 6 heures (la durée de l'essai).

Tableau III.9. Résultats de la température mesurée dans la solution NaOH à 365 jours

Temps de mesure (min)	Température de NaOH (°C)			
	les bétons à base de CRS		les bétons à base de CEMII-42.5	
	Milieu saint	Milieu agressif	Milieu saint	Milieu agressif
1	23.4	24.5	22.1	26
30	24.7	26.9	24.8	28
60	26.1	29.7	27.7	30.3
90	28.0	30.7	30.7	32.1
120	29.2	33.1	33.9	33.6
150	30.5	35.2	37.2	35.9
180	32.1	36.6	40.9	37.1
210	33.6	38	42.1	38.5
240	34.6	38.8	43.2	39.6
270	35.7	39.3	44.1	41.0
300	36.8	40.5	45.1	42.2
330	37.3	41.2	46.5	43.1
360	38.4	42.5	47.8	44.2

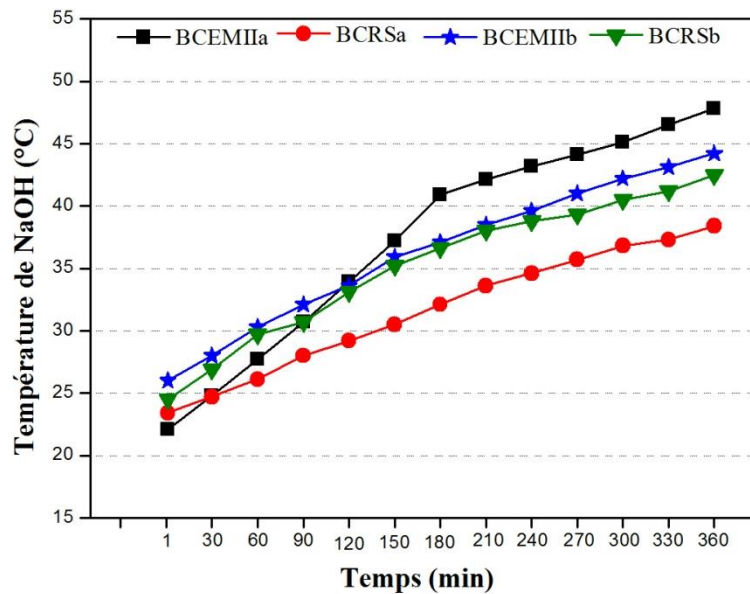


Figure III.15. Evolution de la température mesurée dans la solution NaOH à 365 jours

Tableau III.10. Résultats de la température mesurée dans la solution NaCl à 365 jours

Temps de mesure (min)	Température de NaCl (°C)			
	les bétons à base de CRS		les bétons à base de CEMII-42.5	
	Milieu saint	Milieu agressif	Milieu saint	Milieu agressif
1	23.4	24.5	22.1	26
30	24.5	27.2	24.9	27.7
60	25.9	29.9	27.5	29.9
90	27.7	31.5	31.3	31.8
120	29.0	33.7	35.0	33.6
150	30.7	35.7	39.0	35.5
180	32.2	37.1	41.6	36.8
210	33.4	38.9	43.7	38.2
240	34.4	39.7	44.5	39.9
270	35.5	40.9	45.8	41.2
300	36.0	41.9	46.8	42.9
330	37.1	42.6	47.9	43.9
360	38.0	43.8	48.6	45.2

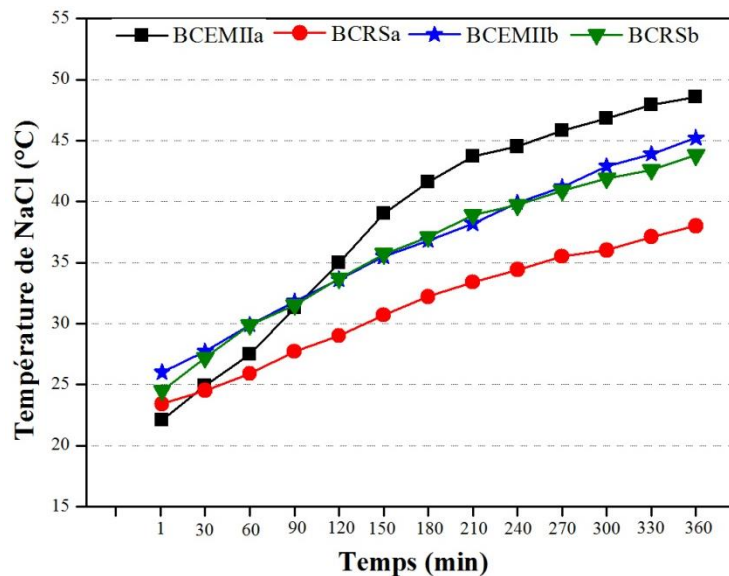


Figure III.16. Evolution de la température mesurée dans la solution NaCl à 365 j

III.5. Variation de masse

Les figures III.17 et III.18 présentent les résultats de la variation de masse de différents cubes de béton immergés dans de l'eau de robinet et l'eau séléniteuse respectivement.

Comme indiqué, la masse des échantillons immergés dans l'eau de robinet a augmenté progressivement avec le temps, ce qui correspond probablement à l'hydratation du ciment.

Aussi, on peut constater que les échantillons exposés dans l'eau séléniteuse présentent une perte de masse beaucoup plus faible. Cette augmentation des pertes est due à l'attaque sulfatique, qui résulte de la réaction entre la portlandite et le sulfate de calcium (CaSO_4).

La perte de masse de bétons augmentait significativement avec le temps lorsqu'elle était exposée à la pénétration du sulfate [122]. En outre, comme le montre la figure III.18, la réduction de la masse pour les BCRS est inférieure à celle du BCEMII, ces résultats confirment que l'utilisation du ciment CEM I 42.5 empêche la formation de produits hydratés délétères liés au sulfate [123]. La dégradation des matériaux à base de ciment dans ces conditions environnementales est représentée par le passage total de la solution de portlandite et par la décalcification progressive des CSH, et, en d'autres termes, de l'étringite et du monosulfoaluminate [124].

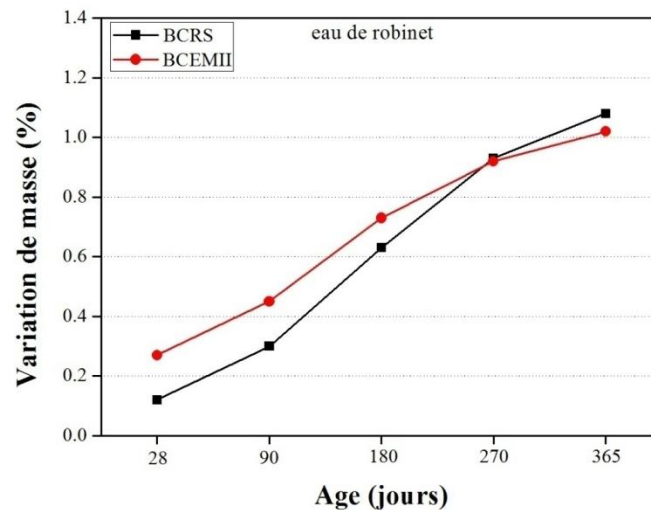


Figure III.17. Variation de masse des cubes de béton immergés dans de l'eau du robinet

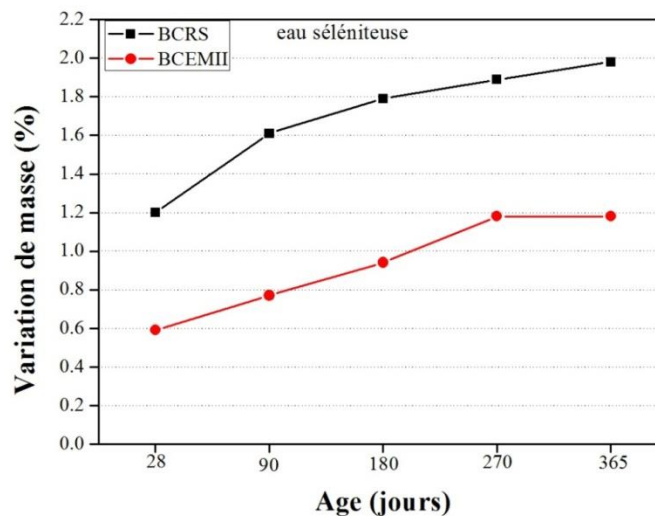


Figure III.18. Variation de masse des cubes de béton immergés dans de l'eau séléniteuse

III.6. Examen visuel

Des photos ont été prises pour évaluer les signes de la détérioration extérieure des éprouvettes de béton tels que l'altération, la fissuration et le ramollissement suite à leur conservation dans le milieu sulfatique.

La figure III.19 montre l'état des cubes 15x15 des deux bétons après 360 jours d'immersion dans l'eau séléniteuse. La photo de la Figure ne révèle pas de signe significatif de dégradation des deux échantillons. Par ailleurs l'examen visuel montre la formation d'une couche blanchâtre sur la surface extérieure des échantillons et qui caractérise le déclenchement de la formation du gypse.



Figure III.19. Echantillons des deux bétons, après 360 jours d'immersion dans l'eau séléniteuse.

Conclusion

L'objectif de ce chapitre a été de comparer l'effet de type de ciment sur la durabilité des bétons vis-à-vis des attaques sulfatiques (CaSO_4). Les principales conclusions que nous pouvons tirer, sont les suivantes :

- Les bétons à base de ciment CRS présentent une résistance mécanique meilleure que celui de CEM II.
- La perméabilité à l'oxygène est quant à elle nettement plus importante pour le béton CEM II que pour le CRS.
- Le nouveau perméamètre 'Talah' présente une assez bonne cohérence de linéarité.

- La pénétration aux ions chlorures est très faible (< 1000) pour tous les bétons et dans les deux milieux d'expositions.
- L'utilisation du ciment CRS empêche la formation de produits hydratés délétères liés au sulfate.
- Les deux bétons présentent un gain de leurs masses respectives. Ce gain évolue en fonction de la durée d'immersion et de milieu d'exposition. Les BCRS présentent des gains de masse moins importants que ceux du BCEMII.
- L'examen visuel de deux bétons ne révèle pas de signe significatif de dégradation, mais il montre une formation d'une couche blanchâtre sur la surface extérieure des échantillons et qui caractérise le déclenchement de la formation du gypse.

Chapitre IV

Resultats de l'étude microscopique

Introduction

Comme on l'a vu au Chapitre 3, les bétons à base de CRS et CEM II se comportent différemment en termes de résistances mécaniques, de perméabilité et de variation de masse lors de l'attaque sulfatique. L'étude microscopique est nécessaire pour nous donner des informations complètes et plus pointues sur le comportement de nos bétons face à l'attaque sulfatique. Nous avons fait : l'analyse thermique (ATD ATG) de différentes pâtes de ciments, la porosimétrie au mercure (MIP), et l'analyse thermogravimétrique des bétons(ATG).

Cette étude a été faite après 365 jours d'immersion des bétons.

IV.1. Analyse thermique de la pâte de ciment (ATD ATG)

Une analyse thermogravimétrique ou thermodifférentielle met en avant les transformations physico-chimiques qui se produisent suite à l'élévation de la température. Ces modifications sont représentées par des pics sur les thermographes. Ces essais aident à analyser les différentes étapes et les modifications qui se produisent au sein de la pâte de ciment.

Des analyses thermogravimétriques et thermodifférentielles ont été réalisées sur toutes les pâtes de ciments.

IV.1.1. Courbes d'ATD des pâtes exposées à l'eau de robinet

Les figures IV.1 et IV.2 présentent les courbes d'ATD des pâtes de ciment CEMI CRS et CEMII exposées à l'eau de robinet respectivement.

La PCRS présente deux pics endothermiques :

- Le premier à 137°C qui correspond à la déshydratation de la pâte de ciment (C-S-H, ettringite et monocarboaluminate de calcium hydraté), Cette déshydratation est caractérisée par un départ d'eau libre et d'eau liée [125,126] ;
- Le deuxième pic à 450°C qui présente décomposition de l'hydroxyde de calcium (CH) en chaux libre et eau [127,128].

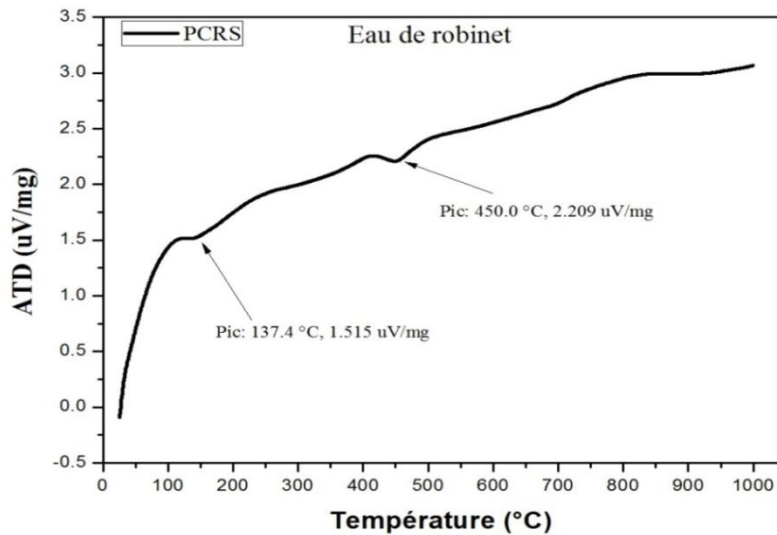


Figure IV.1. Courbe d'ATD de pâte de ciment CEMI CRS exposé à l'eau de robinet

Par contre la PCEMII présente trois pics endothermiques, les deux premiers pics ont la même signification que la PCRS, et le troisième pic à 773°C correspond à la décomposition du calcaire CaCO_3 [127,129].

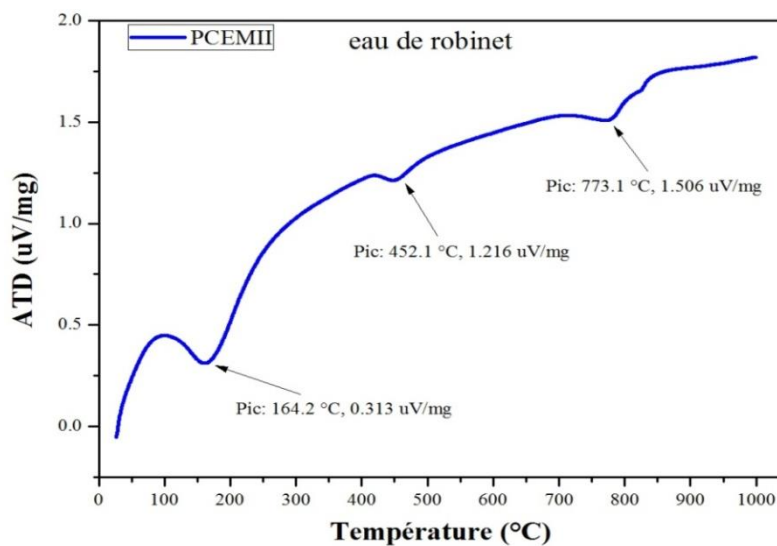


Figure IV.2. Courbe d'ATD de pâte de ciment CEMII exposé à l'eau de robinet

IV.1.2. Courbes d'ATD des pâtes exposées à l'eau séléniteuse

Les figures IV.3 et IV.4 présentent les courbes d'ATD des pâtes de ciment CEMI CRS et CEMII exposées à l'eau séléniteuse respectivement.

Les deux courbes présentent trois pics endothermiques, mais leurs interprétations sont différentes.

Pour la PCRS :

- Le premier pic à 141°C : correspond à la déshydratation de la pâte de ciment [125,126], ce pic a diminué par rapport à le premier pic de PCRS exposé à l'eau de robinet à cause du départ de l'eau libre, du début de la première phase de déshydratation des C-S-H et de l'ettringite [127] ;
- Le deuxième pic à 458°C : correspond à la décomposition de la portlandite en chaux libre [127,128] ;
- Le troisième pic à 844°C : due à la décarbonatation [130].

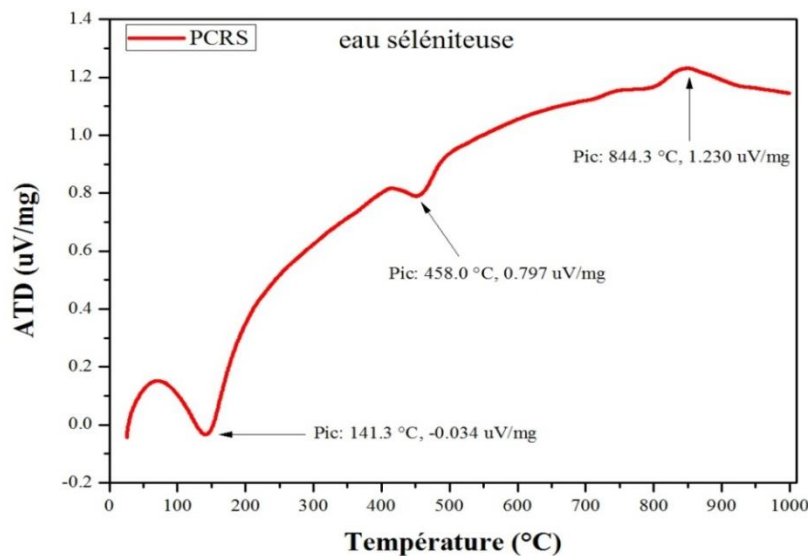


Figure IV.3. Courbe d'ATD de pâte de ciment CEMI CRS exposé à l'eau séléniteuse

Pour la PCEMII :

- Le premier pic à 188°C : indique la déshydratation du monocarboaluminate de calcium hydraté [126] ;
- Le deuxième pic à 492°C : correspond à la décomposition de la portlandite en chaux libre (déshydroxylation) [127,128] ;
- Le troisième pic à 806°C : correspond à la décarbonatation [130].

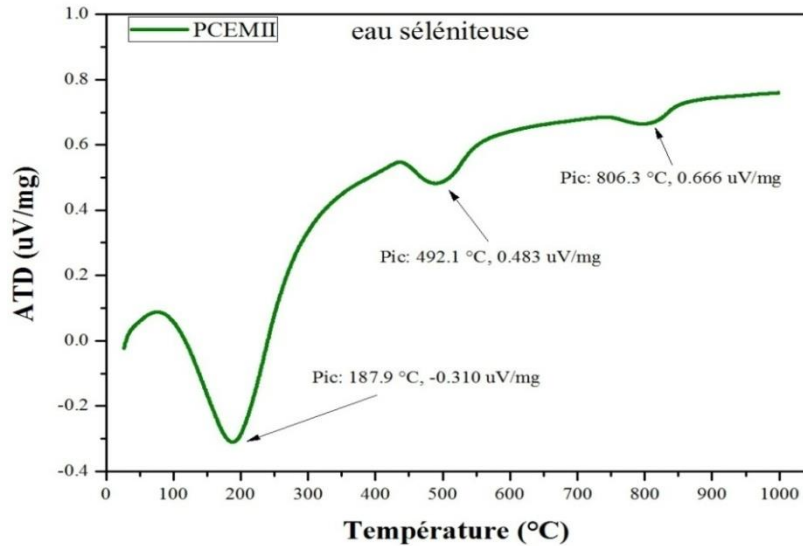


Figure IV.4. Courbe d'ATD de pâte de ciment CEMII exposé à l'eau séléniteuse

IV.1.3. Courbes d'ATG des pâtes exposées à l'eau de robinet

Les figures IV.5 et IV.6 présentent les courbes d'ATG des pâtes de ciment CEMI CRS et CEMII exposées à l'eau de robinet respectivement.

La PCRS et la PCEMII présentent une variation de masse totale de -21,88% et -31,01% respectivement, selon trois pertes de masses significatives se produisant à 100°C, 450°C et 700°C et sont relatives à des phénomènes de décomposition (voir ATD).

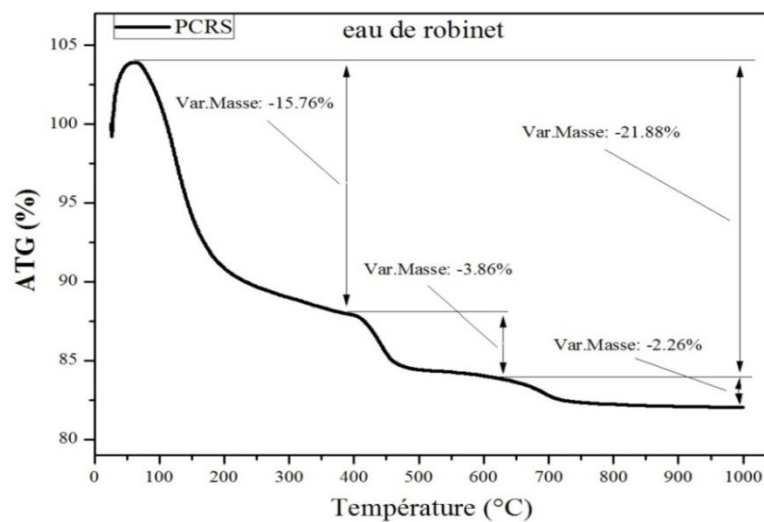


Figure IV.5. Courbe d'ATG de pâte de ciment CEMI CRS exposé à l'eau de robinet

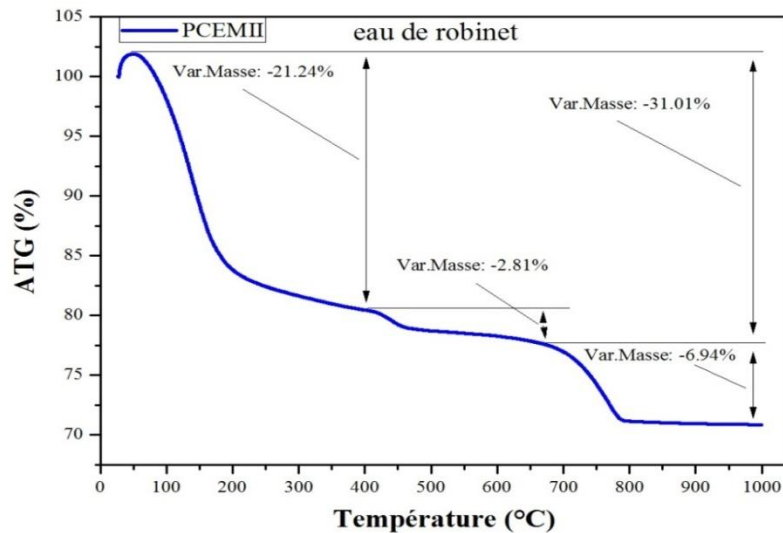


Figure IV.6. Courbe d'ATG de pâte de ciment CEMII exposée à l'eau de robinet

IV.1.3. Courbes d'ATG des pâtes exposées à l'eau séléniteuse

Les figures IV.7 et IV.8 présentent les courbes d'ATG des pâtes de ciment CEMI CRS et CEMII exposées à l'eau séléniteuse respectivement.

La PCRS et la PCEMII présentent une variation de masse totale de -25,23% et -38,00% respectivement, selon trois pertes de masses :

- Une première perte de masse aux alentours de 100°C est due à l'évaporation de l'eau et à la déshydratation des C-S-H et de l'étringite ;
- Une deuxième perte de masse aux alentours de 450°C correspond à la décomposition de la portlandite ;
- Une troisième perte de masse, aux alentours de 800°C, traduit la décomposition de la calcite contenue dans les granulats, dans la portlandite carbonatée et aussi dans le ciment s'il contient du filler calcaire. Ce phénomène est observable par un pic à 800°C sur les ATD, il s'agit essentiellement d'un processus endothermique.

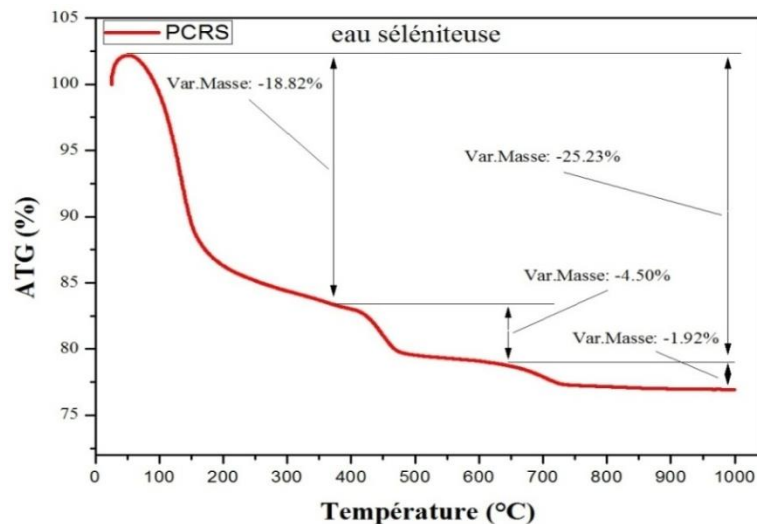


Figure IV.7. Courbe d'ATG de pâte de ciment CEM CRS exposé à l'eau séléniteuse

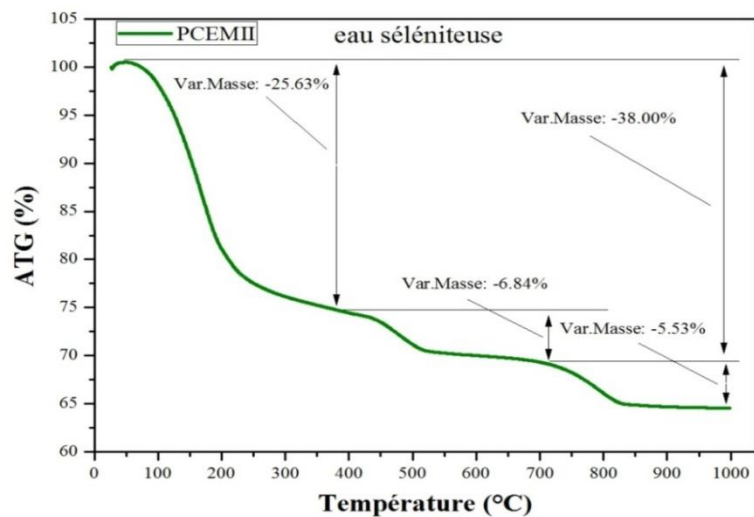


Figure IV.8. Courbe d'ATG de pâte de ciment CEMII exposé à l'eau séléniteuse

IV.2. Analyses thermodifférentielles des bétons ATG

Au sein du matériau béton se déroulent de nombreuses réactions chimiques avec des cinétiques plus ou moins rapides. Ainsi tout au long de la vie du béton, celui-ci est sensible aux conditions d'humidité et de température de son environnement qui modifient ses caractéristiques macroscopiques (durabilité, résistance...). Pour notre cas, nous présentons maintenant les intervalles de température pour lesquels se produisent des changements physico-chimiques du béton ordinaire.

L'évolution de la perte de masse des échantillons chauffés de 20 à 1000°C. Les résultats obtenus se diffèrent par rapport à la nature de ciment et le milieu d'exposition du béton.

Les courbes de résultats d'ATG sont présentées sur les figures IV.9 et IV.10 pour les bétons BCRS et BCEMII exposés à l'eau de robinet, et les figures IV.11 et IV.12 pour les bétons BCRS et BCEMII exposés à l'eau séléniteuse respectivement, à l'âge de 365 jours.

Dans les résultats obtenus, que ce soit le milieu d'exposition (eau du robinet ou en séléniteuse), chaque courbe a été divisée en quatre zones d'interprétation :

- Le premier pic, défini par 100°C et 200 ° C, enregistré sur tous les bétons, est attribué à la perte d'eau absorbée par le silicate de calcium hydraté (C-S-H) ;
- La seconde zone couvre la plage entre 350°C et 450 ° C, cette partie ne concerne que le BCRS, qui présente un comportement relativement compliqué en eau séléniteuse, une série de roulements thermogravimétriques difficile à identifier. Les résultats de la littérature rapportés par Xu [131] ont attribué ces pics à la décomposition des hydrates C_3AH_2 à 250 ° C [132], C_4AH_{12} à 270 ° C [133] et C_3AH_6 à 330 ° C [132]. Aux environs de 420 ° C, une perte de masse totale relativement faible de 1,86% a été trouvée pour BCRS dans l'eau du robinet, une transformation presque similaire a été observée par Sha et al. [134] sur pâte de ciment. Ces auteurs attribuent ce pic au changement d'état cristallin ou à la déshydratation d'une solution solide de Fe_2O_3 ;
- La troisième zone, comprise entre 450°C et 580 ° C, s'explique par la déshydratation de l'hydroxyde de calcium $CaOH_2$. La différence entre la perte de masse dans ce stade apparaît avec le milieu d'exposition. La figure IV.10 ne présente que deux pics importants pour BCEMII, contrairement à la figure IV.12, qui montre une série de pics endothermiques. Ce comportement peut être attribué à l'effet d'attaque au sulfate ;
- Le dernier endotherme aux environs de 700 ° C, détecté dans tous les bétons, indique la décarbonatation du carbonate de calcium dans le composé hydraté.

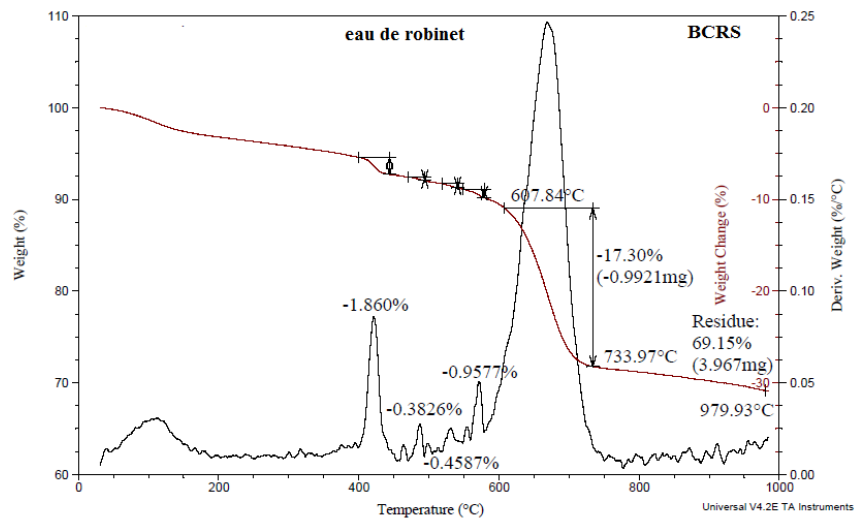


Figure IV.9. Courbe d'ATG de béton BCRS exposé à l'eau de robinet

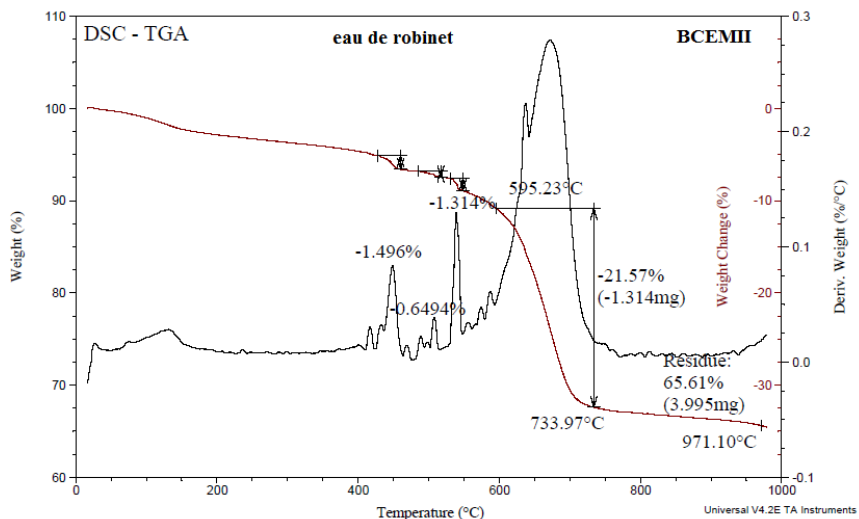


Figure IV.10. Courbe d'ATG de béton BCEMII exposé à l'eau de robinet

La courbe d'ATG du BCRS dans l'eau séléniteuse est associée à une perte de masse totale de 34,68%, supérieure à celle de BCEMII 30,48%, mais ce n'est pas le cas pour BCRS et BCEMII dans l'eau du robinet, qui présentait une perte de masse totale de 30,85 % et 34,39% respectivement.

Ces résultats d'ATG de base mettent en évidence une stabilité thermique importante pour les deux mélanges de béton destinés aux applications possibles à haute température.

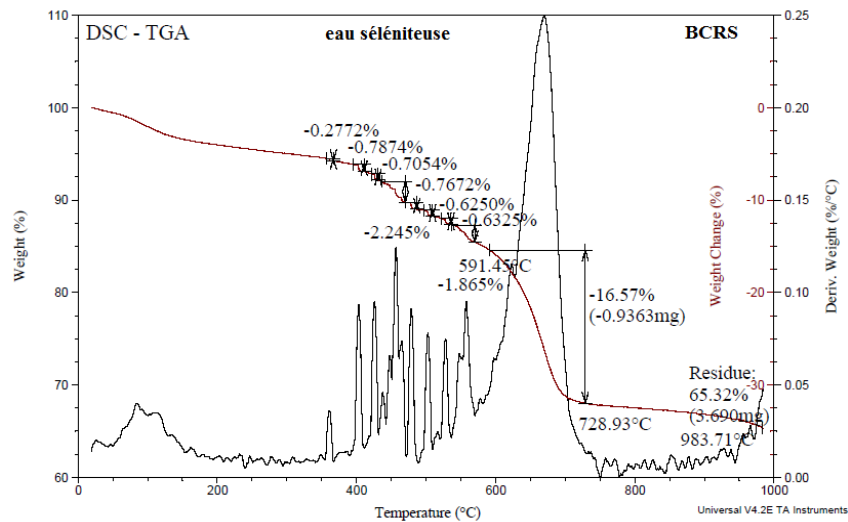


Figure IV.11. Courbe d'ATG de béton BCRS exposé à l'eau séléniteuse

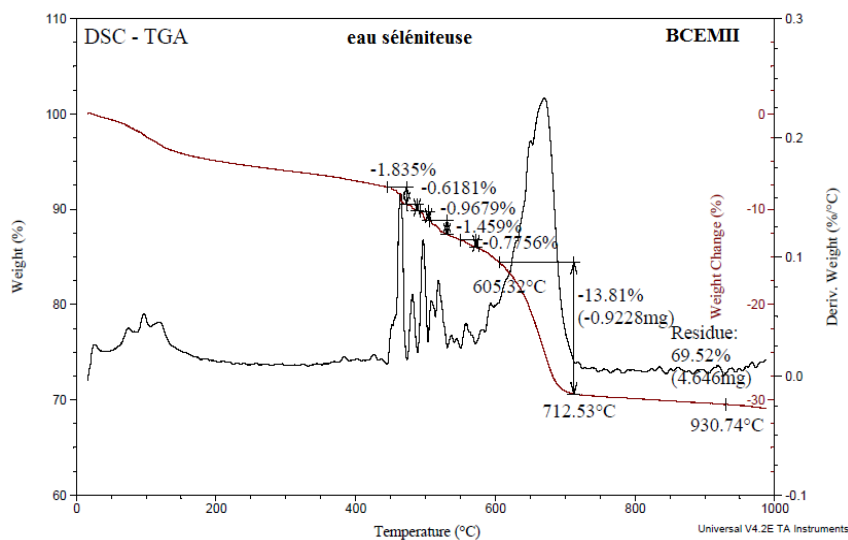


Figure IV.12. Courbe d'ATG de béton BCEMII exposé à l'eau séléniteuse

IV.3. Porosimétrie au mercure

L'analyse de porosimétrie par intrusion de mercure (PIM) est largement utilisée pour évaluer la porosité totale et la distribution de la taille des pores dans les bétons. Les chercheurs [122] ont classé les pores de 10 à 0,05 μm comme grands pores capillaires, de 0,05 à 0,01 μm comme moyens pores capillaires et $<0,01 \mu\text{m}$ comme pores de gel.

IV.3.1. La porosité totale des bétons exposés à l'eau de robinet

La porosité totale des échantillons de béton exposés à l'eau de robinet est présentée à la figure IV.13, qui montre la relation entre le volume de pores cumulés et le diamètre des pores dans la plage de 0,01 à 1000 μm .

On remarque que la porosité totale obtenue sur les deux échantillons est de 10,49 % pour les BCRS ce qui est très proche à celle de BCEMII (10,51 %). La petite différence réside à l'intervalle de 0,05 et 0,5 μm , cette taille de pore correspond à peu près aux pores capillaires.

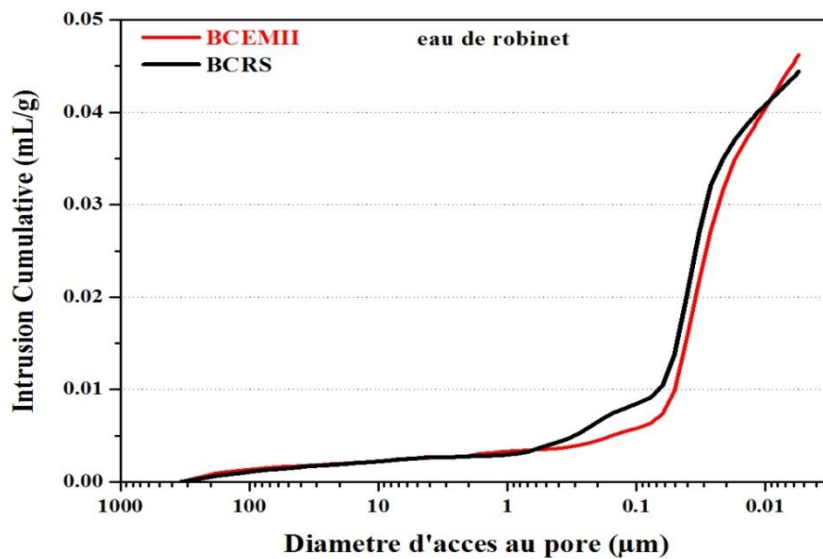


Figure IV.13. Porosité totale des bétons dans l'eau de robinet à 365 jours.

IV.3.2. La porosité totale des bétons exposés à l'eau séléniteuse

La porosité totale des échantillons de béton exposés à l'eau séléniteuse est présentée à la figure IV.14, qui montre la relation entre le volume de pores cumulés et le diamètre des pores dans la plage de 0,01 à 1000 μm .

D'après la figure, on peut constater que la porosité totale la plus faible est de BCRS (13,29%) qui présente aussi la plus petite taille de diamètre de pores, qui est inférieur à celle de BCEMII (19,65%).

L'augmentation du volume des pores capillaires pour le BCEMII peut être attribuée à une microfissuration générale de la matrice cimentaire, notamment aux interfaces pâte / granulat, cela pourrait être l'effet de l'attaque sulfatique.

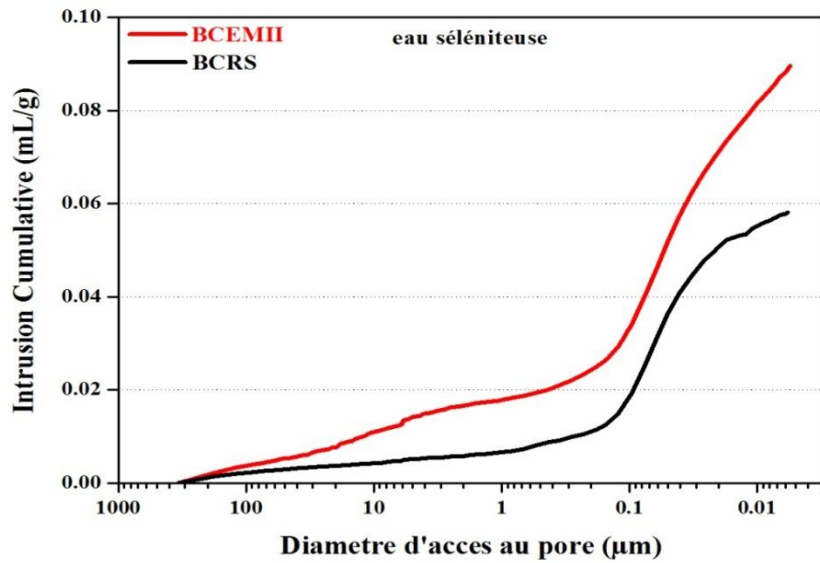


Figure IV.14. Porosité totale des bétons dans l'eau séléniteuse à 365 jours.

IV.3.3. La distribution des pores des bétons exposés à l'eau de robinet

La distribution de la taille des pores des échantillons de béton exposés à l'eau de robinet à 365 jours sont présentées aux figures IV.15.

Comme le montre la figure, la différence entre les deux bétons se trouve dans les pores de diamètre 0,05 à 0,01 μm (pore capillaire moyen), inférieur à 0,01 μm la courbe de béton BCEMII est un peu plus élevée que celle de béton BCRS (pores de gel).

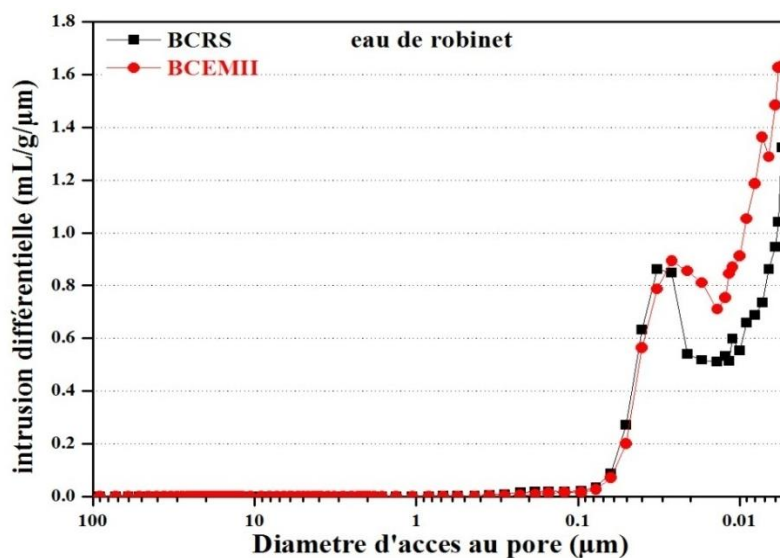


Figure IV.15. Distribution de la taille des pores des bétons dans l'eau de robinet à 365 jours.

IV.3.4. La distribution des pores des bétons exposés à l'eau séléniteuse

La distribution de la taille des pores des échantillons de béton exposés à l'eau séléniteuse à 365 jours sont présentées aux figures IV.16.

Dans la figure, le BCEMII présente un volume de pores capillaires et de pores de gel de taille moyenne plus élevé que BCRS.

Pour un diamètre compris entre 0,1 et 0,01 μm , les deux bétons présentent une distribution de taille des pores presque similaire. Après ($<0,01$), le BCRS présente peu de pores, car sa courbe n'évolue pas. En revanche, sur cette même gamme, le volume de pores du BCEMII augmente rapidement, il est beaucoup plus grand par rapport à celui du BCRS (pores de gel).

Les distributions de taille de pores BCRS présentées peuvent être associées à un matériau sain ou au moins légèrement affecté par l'attaque des sulfates. Contrairement à BCEMII qui présente des pics plus marqués, les pores capillaires sont partiellement et complètement remplis de l'eau et réduisent à mesure que l'hydratation se poursuit. Les pores capillaires affectent la résistance et la durabilité du béton [135].

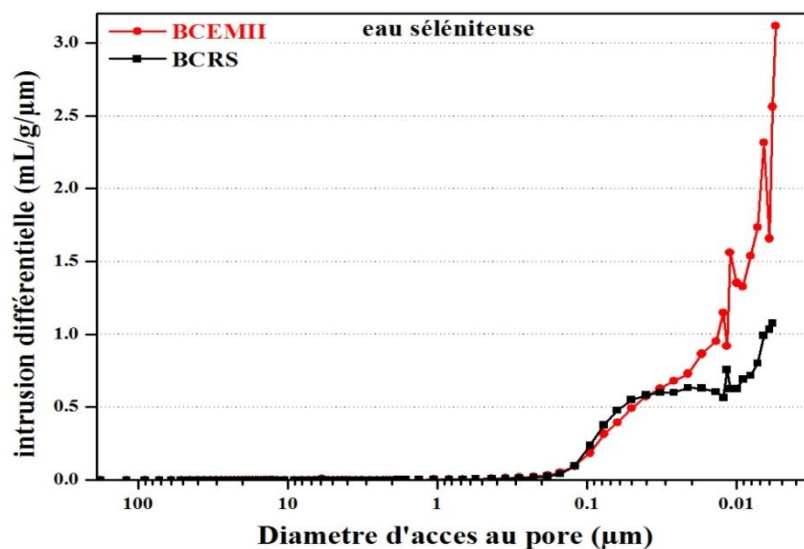


Figure IV.16. Distribution de la taille des pores des bétons dans l'eau séléniteuse à 365 jours.

On peut en conclure qu'avec le BCRS, le volume total de la porosité et la taille de pores raffinée des bétons diminuent et que les diamètres de pores les plus probables des bétons se transforment en pores plus petits et se situent dans la gamme des pores moins nocifs, ce qui indique que l'utilisation de CEMI CRS 42.5 permet d'affiner la structure des pores des bétons en milieu agressif. Les mesures MIP ont confirmé les observations de la résistance à la compression et à la flexion.

Conclusion

Les résultats d'ATG mettent en évidence une stabilité thermique importante pour tous les bétons destinés aux applications possibles à haute température, et ne permet pas vraiment de discerner la décomposition de l'étringite de celle des C-S-H car ils se décomposent tous aux alentours de la même température.

Les résultats de mesure de porosimétrie par intrusion de mercure montrent que l'utilisation de CEM I à la place du CEM II se traduit bien par un décalage vers les plus petits pores [51]. Les mesures MIP ont confirmé les observations des résistances mécaniques.

Les différents résultats issus de l'analyse microscopique confirment bien que les bétons formulés à base de CEM I PM-ES comportent mieux que ceux à base de CEMII 42,5 vis-à-vis l'attaque sulfatique externe.

Conclusion générale et Perspectives

Conclusion générale

De nos jours, à l'image de tous les produits, procédés et matériaux employés dans nos quotidiens, le béton fait l'objet d'une optimisation en ce qui concerne sa durabilité vis-à-vis l'attaque sulfatique externe. Cette dernière est largement étudiée dans la littérature. Cependant, elle reste encore sujette à controverses. Ce qui semble être l'une des raisons pour lesquelles aucun essai normé en Europe n'existe pour évaluer la résistance des bétons vis-à-vis de cette pathologie.

L'objectif de notre étude de recherche concerne la durabilité des bétons ordinaire, où on a présenté une étude comparative du comportement mécanique de deux bétons à bases de CRS et CPJ qui travaillent dans un milieu agressif (attaque sulfatique externe).

Cette étude a été faite pour voir si nous pouvons substituer le ciment utilisé auparavant qui est le CEMII fabriqué par la cimenterie LAFARGE Algérie (Meftah) par le nouveau ciment fabriqué par le groupe GICA (cimenterie de Ain Touta) qui est le CEMI, d'après le groupe ce ciment est équivalent au CRS, dans le cas des bétons ordinaires exposant dans les milieux sulfatiques.

L'étude s'est articulée autour des trois axes principaux :

- Caractérisation des bétons ordinaires et ses constituants ;
- Etude de la durabilité de ses bétons, tel que la résistance à la compression et à la flexion, la perméabilité à l'oxygène, la perméabilité aux ions chlore, et la variation de masse ;
- Etude microscopique, tel que l'analyse thermogravimétrique ou thermodifférentielle (ATD ATG) de différentes pâtes de ciments, la porosimétrie au mercure (MIP), et l'analyse thermogravimétrique (ATG) des bétons.

Les résultats obtenus au cours de ce travail mènent aux conclusions suivantes :

- Le comportement des échantillons de béton exposés dans l'eau du robinet et l'eau séléniteuse est différent; le milieu de référence confirme que les effets négatifs de l'attaque au sulfate résultent de l'interaction entre les sulfates et le type de ciment.
- Le béton qui présente la plus faible résistance aux sulfates est celui à base de CEM II 42.5, ce qui est dû à la diminution de la résistance à la compression et à la flexion à 365 jours;

contrairement à CEMI 42.5 qui présente de bonnes valeurs de résistance dans l'eau séléniteuse.

- L'utilisation de ciment CRS favorise la perméabilité apparente en comparaison des bétons à base de CEMII dans l'eau séléniteuse. De même, les bétons BCEMII présentent des perméabilités apparentes élevés à long terme. Ceci indique que ces bétons présentent une structure poreuse plus complexe en termes de connectivité et de tortuosité.
- Les bétons BCRS présente une bonne performance à la perméabilité à l'oxygène, ce qui confirme les observations de la résistance à la compression et à la flexion.
- D'après la classification qualitative de la pénétration des ions chlore dans le béton, on a vu que cette pénétration est très faibles (< 1000) pour tous les bétons et dans les deux milieux d'expositions (eau de robinet et eau séléniteuse).
- Les bétons BCRS a présenté une réduction de masse inférieure à celle du BCEMII, ce qui confirme que l'utilisation de ce ciment CEM I CRS prévient la formation de produits hydratés délétères liés au sulfate.
- Selon les résultats d'ATG, les deux bétons présentent une stabilité thermique importante, ce qui permet de les utiliser pour des applications à haute température.
- D'après la porosimétrie au mercure, on a constaté que le volume total des pores de BCEMII est supérieur à celui de BCRS. Ceci est probablement attribué à une microfissuration générale de la matrice de ciment.
- Les bétons à base de CEMI CRS est moins perméable, ce qui confirme les observations de résistance à la compression et à la flexion.
- Aucun dommage n'a été observé dans les échantillons exposés à une solution de sulfate pendant 365 jours.

Enfin, les bétons les moins résistants aux différentes expositions sulfatées sont ceux à base de ciment CEM II/A 42,5. Les bétons qui sont à base de ciment CEM I 42,5 CRS résistent aux sulfates et se comportent sans signe d'altération face aux attaques sulfatique. Les différents résultats issus de l'analyse microscopique confirment bien les résultats de la durabilité, et que les bétons et formulés à partir de CEM I 42,5 CRS restent insensibles à l'attaque sulfatique externe.

Perspectives

Pour mieux comprendre l'influence de type de ciment sur la durabilité des bétons vis-à-vis l'attaque sulfatique externe et par conséquent l'utilisation de CEMI CRS dans ce cas, différentes perspectives peuvent être proposées à la suite de ce travail :

- la zone d'interphase (interface pâte-granulat) est la zone préférentielle de précipitation de l'ettringite, il est nécessaire d'étudier l'effet de l'ASE sur la microstructure de l'interphase dans notre cas. Cette problématique pourrait également constituer un bon choix pour réaliser des tests de vieillissement accéléré.
- Vu les résultats de cette étude, de nouveaux paramètres pourront faire suite à ce travail en envisageant une étude sur l'influence du CEMI CRS vis-à-vis l'ASE aux paramètres physico-mécaniques tels que les modules d'élasticité statique et dynamique.
- Enfin, une étude plus approfondie à long terme des caractéristiques microstructurales et de durabilité des bétons ordinaires à base de CEMI CRS peut être envisageable. En effet, les comportements vis-à-vis les attaques des sulfates nécessitent un suivi permanent de la composition minéralogique avant et après la conservation dans les milieux agressifs et ce par des analyses au microscope électronique à balayage (MEB) et des analyses minéralogiques par diffraction des rayons X (DRX).

Références bibliographiques

- [1] CIMbéton, centre d'information sur le ciment et ses applications. Conception et réalisation : Amprincipe, Paris, Édition 2005.
- [2] Khélifa R., «Influence des ciments à base d'ajouts minéraux sur les propriétés mécaniques des mortiers et des bétons, Thèse de Magistère en Génie Civil, Université Mentouri de Constantine, le 11 Juillet 2001.
- [3] Véronique Baroghel-Bouny. Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1994. Français.
- [4] NF P 15-010, Octobre 1997.
- [5] Dreux G. et Festa J., « Nouveau guide du béton et de ses constituants », 8ème édition, Eyrolles, 1998.
- [6] Journée d'Information sur les Ciments, les Bétons et les Adjuvants, «Les adjuvants, définitions et opportunités d'utilisation», ERCE - CTC Est - GRANITEX, Alger, 2004.
- [7] Comparet C., Thèse de Doctorat en Chimie - Physique, «Étude des interactions entre les phases modèles représentatives d'un ciment Portland et des superplastifiants du béton», Université de Bourgogne – UFR des Sciences et Techniques, Ecole doctorale Carnot, le 8 Octobre 2004.
- [8] J. Bensted. Hydration of Portland Cement. Pergamon Press, S. N. Ghosh Editor, New York, 1983.
- [9] F. de Larrard. Construire en béton. Presses de l'ENPC, 2002.
- [10] H. Li, H. Xiao, J. Yuan, J. Ou. Microstructure of cement mortar with nano-particles, Composites Part B: engineering, 35 (2), 2004, 185-189.
- [11] V. Baroghel-Bouny. Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons : méthodes, analyse, interprétations, LCPC, Paris, 1994.
- [12] R.F. Feldman, P.J. Sereda. A model of hydrated Portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties, Materials and Structures. 1 (6), 1968, 509-520.
- [13] Y. Sébaïbi, R.M. Dheilly, B. Beaudoin, M. Quéneubec. The effect of various slaked limes on the microstructure of lime-cement-sand mortar, Cement and Concrete Research, 36(5), 2006, 971-978.
- [14] S. Diamond. Very high strength cement-based materials- a prospective, in: J. Francis Young (Ed). Materials research Society, Symposia Proceedings, 1985, 42, 233-243, Pittsburgh, PA.
- [15] J. J. Thomas, H. M. Jennings, A. J. Allen. The surface area of hardened cement paste as measured by various techniques. Concrete Science and Engineering 1, 1999, 45-64.
- [16] R. Deshpande, D. W. Hua, D. M. Smith, C. J. Brinker. Pore structure evolution in silica gel during aging/drying. Effects of surface tension. Journal of Non-Crystalline Solids. 1992, 144, 32-44
- [17] M. Delmi. Étude de l'hydratation et du couplage carbonatation-échanges hydriques dans les mortiers et bétons, Doctorat de l'Université de La Rochelle, 2004.
- [18] S. Diamond. Considerations in image analysis as applied to investigations of the ITZ in Concrete, Cement and Concrete Composites, 23 (2-3), 2001, 171-178.
- [19] J-P. Ollivier, J.C. Maso, B. Bourdette. Interfacial transition zone in concrete. Advanced Cement Based Materials, 2(1), 1995, 30-38.
- [20] K. Scrivener, P.L. Pratt. In RILEM TC 108, State of the art report, Chapman & Hall, New York, 1994.

- [21] J. Grandet, J-P. Ollivier. New method for the study of cement-aggregate interfaces, in: Proceeding of the Seventh International Congress on the Chemistry of Cement, Paris, Vol. III, 1980, 85-95.
- [22] J.C. MASO. La liaison pâte-granulats, dans 'Le béton hydraulique'. Presse de l'ENPC, Paris, 1982, 247-259.
- [23] J.M. Bijen, J.A. Larbi, S. Zhao. The transition zone between cement paste and inserts, Research in civil engineering materials, annual report, 1988.
- [24] S. Diamond, J. Huang. The ITZ in concrete – a different view based on image analysis and SEM observations, Cement and Concrete Composites, 23 (2-3), 2001, 179-188.
- [25] L. Alarcon-Ruiz, G. Platret, E. Massieu, and A. Ehrlacher. The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. Cement and Concrete Research, Vol. 35 :609-613, 2005.
- [26] A. Noumowé. Effet des hautes performances sur le béton - cas particulier des bhp. In Thèse de doctorat, INSA Lyon. 1995.
- [27] G. Platret. Suivi de l'hydratation du ciment et de l'évolution des phases solides dans les bétons par analyse thermique, caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons. Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire. In Méthode d'essai N°58, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées. 2002.
- [28] PE. Grattan-Bellew. Microstructural investigation of deteriorated portland cement concretes. Construction and Building Material, Vol. 10, N°15 :3-16, 1996.
- [29] M. Castellote, C. Alonso, C. Andrade, X. Turrilas, and J. Campo. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. Cement and Concrete Research, Vol. 34 :1633-1644, 2004.
- [30] U. Schneider, U. Diederich, and C. Ehm. Effect of temperature on steel and concrete for pcrv's. Nuclear engineering and design, Vol. 67 :245-258, 1981.
- [31] ZP. Bazant and MF. Kaplan. Concrete at high temperature : Material properties and mathematical models. Longman Group Limited, London :196 pages, 1996.
- [32] GA. Khoury, GPE. Sullivan, and BN. Grainger. Radial temperature distributions within solid concrete cylinders under transient thermal states. Magazine of concrete research, Vol. 36, 1984.
- [33] WPS. Dias, GA. Khoury, and PJE. Sullivan. Mechanical properties of hardened cement paste exposed to temperatures up to 700 °C. ACI Material Journal, N° 87:160-166, 1990.
- [34] R. Blundell, C. Diamond, and RG. Browne. The properties of concrete subjected to elevated temperatures. Imperial College (London) : CIRIA Underwater Group, Technical note no 9 :20 pages, 1976.
- [35] J. Piasta. Heat deformation of cement phases and microstructure of cement paste. Materials and structures research and testing, RILEM, Vol. 17, N°102:415-420, 1984.
- [36] Dana E., Contribution à la caractérisation des écoulements biphasiques dans les matériaux poreux. Etude expérimentale sur trois grès, Thèse de Doctorat, Université Lille 1, 1999.
- [37] Dullien F.A.L., Porous media, fluid transport and pore structure, 2nd edition, Academic Press, San Diego 1992,
- [38] Darcy « Les fontaines publiques de la ville de Dijon » Edition Dalmont, 1856.
- [39] Carman P.C., Flow of gases through porous media. Butterworths, London, 1956.
- [40] Berryman J.G. & Blair S.C., Kozeny-Carman relations and image processing methods for estimating Darcy's constant, J. Appl. Phys., 62 (6), p. 2221- 2228, 1987.

- [41] Villain G., Baroghel Bouny V., Kounkou C., Hua C., Mesure de la perméabilité aux gaz en fonction du taux de saturation des bétons, *Revue française de génie civil*. Vol. 5, N,2, pp : 251-269, 2001.
- [42] Picandet V., Influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité et sur la diffusivité hydrique des bétons, Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2001.
- [43] Chen XT., Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poromécanique de matériaux cimentaires - propriétés hydrauliques et changements morphologiques, Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lille, 2009.
- [44] Lion M., Influence de la température sur le comportement poromécanique ou hydraulique d'une roche carbonatée et d'un mortier. Etudes expérimentales, thèse de l'Ecole Centrale de Lille, 2004
- [45] Wei Chen. Etude expérimentale de la perméabilité du béton sous conditions thermiques et hydriques variables. Other. Ecole Centrale de Lille, 2011. French. <NNT : 2011ECLI0019>.
- [46] Jian Liu. Etude expérimentale de la perméabilité relative des matériaux cimentaires et simulation numérique du transfert d'eau dans le béton. Autre. Ecole Centrale de Lille, 2011. Français. <NNT : 2011ECLI0018>.
- [47] : OUALIT Mehena, mémoire de magistère, Indicateurs de durabilité du béton dans le contexte Algérien, Université M'Hamed Bouagara- BOUMERDES, 2009.
- [48] Xiaomeng WANG, Modélisation du transport multi-espèces dans les matériaux cimentaires saturés ou non saturés et éventuellement Carbonatés, thèse de doctorat, 2012.
- [49] L.O. Nilsson et L. Tang : Interaction and its effect on substance transport in concrete. In J. Marchand J.J. Beaudoin R.D. Hooton, M.D.A. Thomas, éditeur : *Materials science of concrete, Special volume : Ion and mass transport in cement-based materials*, pages 155-180. American Ceramic Society, Westerville, 2001.
- [50] A. ATKINSON, A.K. NICKERSON, 1984, « The diffusion of ions through water-saturated cement », *J. Mater. Sci.*, vol. 19, pp. 3068-3078.
- [51] Mohammed Rissel Khelifa. Effet de l'attaque sulfatique externe sur la durabilité des bétons autoplaçants. *Applied geology*. Université d'Orléans; Université de Constantine, 2009. French.<NNT : 2009ORLE2031>.
- [52] Merdia A., Talah A., Kharchi F. et Chaid R., "Contribution à l'étude de la corrosion des BHP de pouzzolane en milieu sulfaté", Colloque International CMEDIMAT2005, Oran, Algérie, les 06 et 07 Décembre 2005.
- [53] Rougeau P., Guiraud P., «La durabilité dans le contexte normatif européen», *LA DURABILITE DES BETONS*, Presse de l'Ecole des Ponts et Chaussées, mai 2008.
- [54] Capmas A., «Béton et développement durable», *LA DURABILITE DES BETONS*, Presse de l'Ecole des Ponts et Chaussées, mai 2008.
- [55] Le grand dictionnaire terminologique, <http://www.granddictionnaire.com/> , édité par O.q.d.l.l. française.
- [56] Nicolas Bur (2012), Etude des caractéristiques physico-chimiques de nouveaux bétons éco-respectueux pour leur résistance à l'environnement dans le cadre du développement durable, thèse de doctorat, Strasbourg, France.
- [57] Montenus, S. (2009), Etude comparative sommaire des ponts en béton et ponts mixtes en termes d'énergie consommée et d'émission de gaz à effet de serre, in GC'2009, édité par AFGC, Cachan, Session2.
- [58] **EN 206-1**, Norme européenne : béton - Partiel : Spécifications, performances, production et conformité, Afnor , janvier **2000**.
- [59] E. Roziere, Étude de la durabilité des bétons par une approche performantielle.

Doctorat de l'École Centrale de Nantes, 2007.

[60] Ameer El Amine Hamami, Vers une prédiction de la perméabilité au gaz à partir de la composition des matériaux cimentaires, Université de La Rochelle, 2009. France.

[61] Hermann. K, « Substances chimiques exerçant une action sur le béton », Bulletin du ciment 63, N°12, 1995

[62] Gilles Escadeillas et Hugues Hornain, « la durabilité des bétons », chapitre 12, Juin 2008 Amphithéâtre Caquot, ENPC Paris.

[63] Zeroub Hamid, « Valorisation du verre dans l'élaboration de béton durable », Mémoire de Magistère, Université M'Hamed Bougara, Boumerdès, 2012.

[64] : choisir un béton durable ; cours de béton armé par : Pr. I.Boeraeve.

[65] Ho D.W.S, Lewis R.K. Carbonation of concrete incorporating fly ash or a chemical admixture, 1st International Conference on The Use of Fly Ash, Silica Fume, Slag and other Mineral By-Products in Concrete, Montebello, 1983.

[66] Fornasier G, Fava C, Fernández Luco L, Zitzer L. Design of Self Compacting Concrete for Durability of Prescriptive vs. Performance-Based Specifications”, ACI SP 212:197-210. 2003.

[67] Bentur A, Mitchell D. Material performance lessons. Cement and Concrete Research, 38, 259-272. 2008.

[68] BAROGHEL-BOUNY (V.) et al. – Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages – Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction – Etat de l'art et guide pour la mise en œuvre d'une approche performantielle et prédictive sur la base d'indicateurs de durabilité. Documents Scientifiques et Techniques de l'Association Française de Génie Civil, AFGC, Bagneux, 252p.,juil.2004.

[69] Rim RAGOUG TOUHAMI Attaque sulfatique externe des matériaux cimentaires – Impact de différents facteurs âge, composition du liant, présence de chlorures, Ecole Doctorale : SCIENCES, INGENIERIE ET ENVIRONNEMENT, 2016

[70] P.K. Mehta, « Evaluation of Sulfate-Resisting Cements by a New Test Method”, ACI Journal, 1975, pages 573-575.

[71] O. Saeed, B. Al-Amoudi, « Performance of 15 reinforced concrete mixtures in magnesium-sodium sulphate environnements. », Construction and Building Materials 9, 1995, pages 149-158.

[72] O. Saeed, B. Al-Amoudi, “Attack on plain and blended cements exposed to aggressive sulphate environnements”. Cement and Concrete Composites 24, 2002, pages 305-316

[73] Cohen M. D. et Mather B., “Sulfate attack on concrete – Research needs”, ACI Materials Journal, Vol, 24, N° 1, pp, 177-202, 1991.

[74] Emmanuel Roziere, Etude de la durabilité des bétons par une approche performantielle, Thèse de doctorat, l'Ecole Centrale de Nantes et l'Université de Nantes, 2007.

[75] Rapport «Hangar de Stockage Sidi Khelifa – Coopérative de céréales et légumes secs - Wilaya de Mila», Laboratoire des Travaux Publics de l'Este LTPEst, Constantine (Algérie), 2004.

[76] Rapport «Pont sur Oued Djeddi – Wilaya de Biskra» Laboratoire des Travaux Publics de l'Este LTPEst, Constantine (Algérie), 2004.

[77] Rapport «Station de traitement des eaux de Ain-Tinn – Wilaya de Mila», Laboratoire des Travaux Publics de l'Este LTPEst, Constantine (Algérie), 2006.

[78] Rapport préliminaire «Glissement CW134 - Wilaya de Mila», Laboratoire des Travaux Publics de l'Este LTPEst, Constantine (Algérie), 2006.

- [79] F.A.O, Distribution Of Gypsiferous Soils By Countries, [consulted 04/21/2016, <http://www.fao.org/docrep/t0323e/t0323e02.htm#1.4> Classification of Gypsiferous Soils, , Food and Agriculture Organisation of the United Nations.
- [80] Rapports internes de laboratoire des travaux publics de sud (LTPS) d'Ouargla, (2005).
- [81] Rapport du Laboratoire National de l'Habitat et de la Construction, Société de Gestion des Participations – Etudes et Engineering – Unité de Batna (Algérie), Avril 2006.
- [82] B. Godart, L. Divet, Réaction sulfatique interne dans les structures en béton - Mécanisme, pathologie et prévention, Techniques de l'ingénieur, C2254 (2009), 1-15.
- [83] B. Mecheri, Influence de la nappe phréatique sur les ouvrages hydrauliques et Génie Civil, Département d'hydraulique et Génie Civil, Université Kasdi Merbah, mémoire de Magister, Ouargla, 2009, 109 p.
- [84] C. Ramdane, Durabilité des matériaux cimentaires vis-à-vis d'un environnement chimiquement agressif, thèse de magistère en génie civil, USTMB d'Oran, (2008).
- [85] Rapport des activités mensuelles de la direction de l'hydraulique de la wilaya d'Ouargla (DHW Ouargla) de 1985 à 2008.
- [86] Khelifa R., «L'impact des cimenteries sur l'environnement – Cas de la cimenterie de Ain-Touta», Mémoire de DEA en Aménagement, Développement et Environnement, Université d'Orléans, le 18 Septembre 2002.
- [87] Rapport «Constatation de la dégradation du béton de l'usine de fabrication des batterie de voitures Bouzghaya - Batna», Service Environnement de la wilaya de Batna, 2008.
- [88] J. Baron, J. P. Ollivier, les bétons : bases et données pour leur formulation, Eyrolles, Paris, 1996.
- [89] Mehta P. K., “Concrete: structure, properties and materials”; Prentice-Hall, p, 105-169, Ed, 1986.
- [90] Planel D., Thèse de doctorat en Génie Civil, « Les effets couplés de la précipitation d'espèces secondaires sur le comportement mécanique et la dégradation chimique des bétons», Université de Marne La vallée, UFR des Sciences et Technologies, le 04 Juin 2002.
- [91] Santhanam M., Cohen M. D., Olek J. (2001) Sulfate attack research – whither now?, Cement and Concrete Research 31, 845-851.
- [92] Derache C., Guiraud P., Plumat M., Rougeau P., Thomas B., Vallès M., Vichot A. (1994) La durabilité des bétons, T48, Collection Technique CIMbéton.
- [93] Mehta P.K., Pirtz D., Polivka M., (1979) Properties of alite cements, Cement and Concrete Research 9, 439-450.
- [94] Tian B., Cohen M.D. (2000) Does gypsum formation during sulfate attack on concrete lead to expansion?, Cement and Concrete Research 30, 117-123.
- [95] A.L.E. Roux, S. Orsetti, Les réactions sulfatiques : conditions de formation, structure et expansion des minéraux secondaires sulfatés, Bulletin Des Laboratoires Des Ponts ET Chaussées, 225 (2000) 41-50.
- [96] G. Arliguie et H. Hornain, GranDuBé, - Grandeurs associées à la Durabilité des Bétons, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. (2007), 440 p.
- [97] D. Heinz, L. Urbonas, About thaumasite formation in Portland-limestone cement pastes and mortars—effect of heat treatment at 95 °C and storage at 5 °C, Cement and Concrete Composites, 25 (2003) 961-967.
- [98] E.F. Irassar, V.L. Bonavetti, M.A. Trezza, M.A. Gonzalez, Thaumasite formation in limestone filler cements exposed to sodium sulphate solution at 20 °C, Cement and Concrete Composites, 27 (2005) 77-84.
- [99] J. Bensted, Thaumasite—direct, woodfordite and other possible formation routes, Cement and Concrete Composites, 25 (2003) 873-877.

- [100] Skalny J. et Pierce J. S., « Sulphate attack issues», Seminar on sulphate mechanisms, Quebec City, Quebec, Canada, October 5 and 6 1998.
- [101] : european standard P 18-441, testing hardened concrete , Part 4: Compressive strength -Specification for testing machines.
- [102] : european standard P 18-433, Testing hardened concrete, Part 5: Flexural strength of test specimens.
- [103] A.Talah; F.Kharchi ‘A Modified Test Procedure to Measure Gas Permeability of Hol Cylinder Concrete Specimens’ IACSIT International Journal of Engineering and Technology, Vol.5, Feb 2013.
- [104] Klinkenberg L. J., The permeability of porous media to liquids and gas, in drilling and production practice, American Petroleum Institute, New York, pp 200-213, 1941.
- [105] D.Perraton, La perméabilité aux gaz des bétons hydrauliques, Thèse de l’INSA de Toulouse, décembre 1992.
- [106] Rozière E., « Etude de la durabilité par une approche performantielle », Thèse de l’Ecole Centrale de Nantes, Novembre 2007.
- [107] ASTM C 1202, Standard test method for electrical indication of concrete’s ability to resist chloride ion penetration, Annual Book of ASTM Standards, vol.4.02; 1994. pp. 624–29.
- [108] : ‘Porométrie au mercure Le modèle XDQ’ Jean-François Daïan, Ex Maître de conférences à l’Université Joseph Fourier Chercheur bénévole au LTHE Novembre 2007
- [109] AFPC-AFREM., (1997) Durabilité des bétons - méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité des bétons. INSA-LMDC, Toulouse, 11-12.
- [110] Mohamed Chemrouk, The deteriorations of reinforced concrete and the option of high performances reinforced concrete, The 5th International Conference of Euro Asia Civil Engineering Forum (EACEF-5), Procedia Engineering 125 (2015) 713 – 724
- [111] Benabed B., Azzouz L. et Damene Z., «Comportement mécanique et durabilité de mortiers a base du sable de dune». Colloque CMEDIMAT, Oran, 2005.
- [112] Turker F. et al., «Effects of magnesium sulfate concentration on the sulfate resistance of mortars with and without silica». Cement and Concrete Composite p 429-437, Paris, 2003.
- [113] Zaidi, N., Zedira, H., Talah, A., Bezzazi, B.: Etude expérimentale de la perméabilité aux gaz d’un béton à base de ciment résistant aux sulfates dans un milieu agressif, 3ème Congrès International sur la Technologie et la Durabilité du Béton CITEDUB3 Alger, (2016).
- [114] Zimbelman, R., 1985. A contribution to the problem of cement-aggregate bond. Cement and Concrete Research, 15, pp.801–808.
- [115] Barnes, M.S., Diamond, S. & Dolch, W.L., 1978. The contact zone between Portland cement paste and glass aggregate surfaces. Cement and Concrete Research, 8, pp.233–244.
- [116] D. Wang, C. Shi, Z. Wu, J. Xiao, Z. Huang, Z. Fang, A review on ultra high performance concrete: Part II. Hydration, microstructure and properties. Constr. Build. Mat. 96 (2015) 368-377.
- [117] N.Q. Feng, F. Xing, High Performance Concrete Technology, Nuclear Energy Press, Beijing, China, 2000.
- [118] M. Regourd, Microstructure of high strength cement paste systems, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., Pennsylvania, vol. 42, 1985, pp. 3 – 17.
- [119] L. Hjorth, Development and application of high density cement based materials, Philos. Trans. R. Soc., London, vol. A310, 1983, 167–173.
- [120] ASTM C1202-97, Standard test method for electrical indication of concrete’s ability to resist chloride ion penetration. Annual Book of ASTM Standards, vol. 04.02.

- [121] Naiqian Feng, Xiaoxin Feng, Tingyu Haoa, Feng Xing, Effect of ultrafine mineral powder on the charge passed of the concrete, *Cement and Concrete Research* 32 (2002) 623–627.
- [122] El-Hachem, R., Rozière, E., Grondin, F., Loukili, A.: New procedure to investigate external sulphate attack on cementitious materials, *Cement & Concrete Composites* 34 (2012) 357–364.
- [123] Brunetaud, X., Khelifa, M. R., Muzahi A. M.: Size effect of concrete samples on the kinetics of external sulfate attack, *Cement & Concrete Composites* 34 (2012), 370–376.
- [124] Perlot, C., Verdier, J., Carcassès, M.: Influence of cement type on transport properties and chemical degradation: Application to nuclear waste storage, *Materials and structures*, 39 (2006), 511-23.
- [125] JP. Persy and FX. Deloye. Investigations sur un ouvrage en béton incendié. *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, Vol. 145 :108{114, 1986.
- [126] E. Nonnet, N. Lequeux, and P. Boch. Elastic properties of high alumina cement castables from room temperature to 1600°C. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 19 :1575{1583, 1999.
- [127] A. Noumowé. Effet des hautes performances sur le béton - cas particulier des bhp. In *Thèse de doctorat, INSA Lyon*. 1995.
- [128] G. Platret. Suivi de l'hydratation du ciment et de l'évolution des phases solides dans les bétons par analyse thermique, caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons. Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire. In *Méthode d'essai N_58*, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées. 2002.
- [129] PE. Grattan-Bellew. Microstructural investigation of deteriorated portland cement concretes. *Construction and Building Material*, Vol. 10, N_15 :3{16, 1996.
- [130] L. Divet. Présentation des techniques de diagnostic de l'état d'un béton soumis à un incendie. In *Techniques et méthodes des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, page 114. 2005.
- [131] Xu, A.: Structure of hardened cement-fly ash systems and their related properties, *Thèse de Doctorat de Chalmers University of Technology, Göteborg-Suède*, (1992), 256.
- [132] Schwiete E.H., Ludwig U.: Crystal structure and properties of cement hydration products (hydrated calcium aluminates and ferrites), *Proceeding of the 5th Int. Symposium on the Chemistry of Cement*, Tokyo, 2(1968), 37-36.
- [133] Sersale, R., Sabatelli, V., Valenti, G. L.: Influence of some retarders on the hydration, at early ages, of tricalcium aluminate, *Proceeding of the 7th International Congress on the Chemistry of Cement*, 4(1980), Paris, 546.
- [134] Sha, W., O'Neill, E. A., Guo.: Differential scanning study of ordinary portland cement, *Cement and Concrete Research*, 29 (1999), 1487-1489.
- [135] Faiz, U.A., Shaikh., Steve, W.M., Supit.: Compressive strength and durability properties of high volume fly ash (HVFA) concretes containing ultrafine fly ash (UFFA), *Construction and Building Materials*, 82 (2015), 192–205.