



HAL
open science

Apports combinés de l'expérimentation et de la modélisation à la compréhension de l'alcali-réaction et de ses effets mécaniques

Catherine Larive

► **To cite this version:**

Catherine Larive. Apports combinés de l'expérimentation et de la modélisation à la compréhension de l'alcali-réaction et de ses effets mécaniques. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1997. Français. NNT: . tel-00520676

HAL Id: tel-00520676

<https://pastel.hal.science/tel-00520676>

Submitted on 24 Sep 2010

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Thèse de doctorat

présentée par

Catherine LARIVE

pour obtenir le grade de

Docteur de l'École Nationale des Ponts et Chaussées

Spécialité : Structures et Matériaux

X

**APPORTS COMBINÉS DE L'EXPÉRIMENTATION
ET DE LA MODÉLISATION
À LA COMPRÉHENSION DE L'ALCALI-RÉACTION
ET DE SES EFFETS MÉCANIQUES**

Soutenue le 6 juin 1997
devant le jury composé de :

M. Alain EHRLACHER

Mme Micheline REGOURD-MORANVILLE

M. Jacques BARON

M. Jean-François COSTE

M. Jean-Pierre OLLIVIER

M. Jonathan WOOD

M. Olivier COUSSY

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Directeur de Thèse



REMERCIEMENTS

Les remerciements constituent l'ultime et, pour moi, la plus difficile étape de la rédaction de cette thèse, étape où se mêlent le désir véritable de dire haut et fort que j'ai conscience de tout ce que les autres m'ont apporté, sur différents plans et chacun à sa façon, et une certaine appréhension de ne pas savoir trouver les mots justes pour exprimer pleinement, mais simplement, ma reconnaissance.

Cette thèse s'est déroulée au LCPC, à la section Durabilité des Ouvrages d'Art (SDOA) et je voudrais commencer par remercier ceux qui m'ont permis d'y mener à terme un travail de si longue haleine.

En tout premier lieu, je me tourne vers Monsieur J. F. Coste, qui a dirigé ce laboratoire pendant pratiquement toute la durée de cette recherche, en s'investissant personnellement dans les problèmes d'alcali-réaction. Après m'avoir permis de réunir tous les moyens nécessaires au bon déroulement des essais, il m'a fait l'honneur d'examiner ce travail et je lui adresse mes vifs remerciements.

Je remercie aussi les autres membres de la Direction, anciens et actuels, ainsi que Monsieur J. Chatelain qui a longtemps présidé aux destinées de la division Fonctionnement et Durabilité des Ouvrages d'Art. Monsieur B. Godart, qui lui a succédé après avoir dirigé la SDOA et piloté le thème auquel j'ai participé, n'a pas ménagé ses efforts pour me venir en aide. Je lui exprime ici ma sincère gratitude. Je n'oublierai pas non plus l'appui que Monsieur J. P. Chevrier, Chef du service Métrologie et Instrumentation, m'a apporté. À tous, je sais gré de la confiance qu'ils m'ont accordée.

J'ai plaisir à remercier Olivier Coussy, qui a accepté de diriger cette thèse, alors même qu'elle l'entraînait dans des domaines qui ne lui étaient pas tous familiers. En sachant allier tact et exigence, il a beaucoup contribué à la qualité de ce manuscrit. Je lui suis profondément reconnaissante pour sa présence et son soutien dans les périodes critiques.

Je souhaite manifester ensuite ma reconnaissance à Monsieur A. Ehrlacher pour avoir présidé ce jury. Ayant bénéficié en D. E. A. de ses talents de pédagogue, je le remercie chaleureusement de savoir si bien faire partager sa passion pour la mécanique.

Je suis très honorée que Madame M. Regourd-Moranville et Monsieur J. Baron aient accepté la charge de rapporteur et j'ai été particulièrement sensible à la grande attention qu'ils ont portée à ce travail.

J'ai également beaucoup apprécié la clairvoyance de Monsieur J. P. Ollivier, en tant qu'examineur, et je lui sais gré d'avoir pris autant de soin pour la lecture de ce manuscrit, qui lui paraissait pourtant bien épais en cette période chargée de l'année scolaire !

J'ai été très touchée par l'intérêt que Monsieur J. Wood a porté à cette recherche, et je tiens à souligner la difficulté que peut représenter, pour un anglophone, la lecture en français d'un tel document. "Thank you very much, Prof. Wood !"

Je m'adresse maintenant à tous ceux à qui cette thèse a fourni de saines occupations pendant de longues semaines*, la soutenance s'étant déroulée dans le courant de la 186ème semaine après le démarrage des essais...

Historiquement, c'est d'abord avec M. Joly que j'ai le plus travaillé, pour concilier les contraintes expérimentales et financières avec les possibilités de la métrologie. Son optimisme, son efficacité et le soutien sans faille qu'il m'a apporté ont largement contribué à l'aboutissement de ces années d'efforts, qui m'auraient sans doute parues beaucoup plus longues sans sa fidèle et amicale présence. Merci aussi à son équipe !

Parallèlement, j'ai abordé les aspects "matériaux" de cette recherche avec N. Louarn. Elle a ensuite effectué avec sérieux, compétence et ténacité la très grande majorité des nombreuses observations par microscopie à balayage et des analyses minéralogiques. Grâce à sa volonté constante de progresser dans le travail, j'ai bénéficié de sa longue expérience des expertises et je l'en remercie volontiers.

* notre unité de temps

Deux ans plus tard, et presque par hasard, A. Laplaud nous a rejoints et s'est investi dans cette étude de façon tout-à-fait exceptionnelle, faisant fi des conditions de "conservation" bien plus pénibles pour nous que pour les éprouvettes. Je suis très heureuse d'insister sur sa motivation hors du commun et l'étendue de ses compétences, et j'espère qu'il bougonnera lorsqu'il lira ces quelques lignes, lui qui ne veut jamais que l'on parle de lui !

Je souhaite remercier également ceux que la partie expérimentale de ce travail a fait suer, au moins au sens propre, dans la chaleur de la salle d'essais à 38°C : D. Béconne et G. Renard, qui sont venus grossir l'équipe "alcali-réaction" de la SDOA. Heureusement que les nombreux coulages se faisaient à température ambiante !

Maintenant sous d'autres cieux après plus de deux ans chez nous, B. Lacaille a conçu et réalisé avec enthousiasme et détermination une base de données regroupant une grande partie des résultats de cette étude. Je lui souhaite bon vent pour la suite de sa carrière ! Pour leur participation respective à l'élaboration et à la maintenance de cette base, je remercie aussi B. Mérandon, au LCPC et G. Macchi, au CIR. J'ai tout autant apprécié le soutien de J. L. Buisson, au LCPC, et J. C. Jurvillier, au CIR.

De manière plus générale, je voudrais insister sur le plaisir que j'ai eu à travailler dans le cadre d'un thème de recherche où s'était instauré une véritable collaboration entre différents partenaires, que je regrette de ne pouvoir tous citer ici. J'exprime plus spécifiquement ma reconnaissance à ceux qui ont pris en charge certains volets de cette étude :

- au LCPC :

J'ai particulièrement apprécié l'ambiance de travail agréable que S. Guédon-Dubied et F. Martineau ont largement contribué à créer. Leur gentillesse et l'aide qu'ils m'ont apportées jusqu'aux derniers jours, tant pour la qualité du manuscrit que pour celle de la présentation orale, m'ont beaucoup touchée.

Le service Physico-Chimie des Matériaux a été largement impliqué dans ce travail par le biais du calcul minéralogique :

F. X. Deloye, auteur du célèbre logiciel MINÉRAUX, n'a pas compté son temps et m'a toujours prodigué de nombreux conseils. Sa solidarité et sa sympathie se sont manifestées au-delà des strictes relations professionnelles puisqu'il m'a fait l'amitié de revenir régulièrement au LCPC et de relire entièrement ce manuscrit, alors qu'il aurait pu profiter tranquillement d'une retraite bien méritée !

Tout aussi passionné par son métier et soucieux de transmettre ses compétences même après son départ à la retraite, j'ai bénéficié jusqu'au bout des remarques de R. Dron et apprécié sa relecture des passages l'intéressant directement. F. Brivot, qui fut sa fidèle collaboratrice, m'a toujours accueillie avec beaucoup de gentillesse et m'a initiée à certaines de leurs méthodes de travail.

La jeune génération de nos chimistes n'a pas été en reste : un grand merci à P. Touzé et toute son équipe pour leurs nombreuses prestations, ainsi qu'à L. Divet et J. P. Davy. Merci aussi à N. Novakovic qui a participé, avec eux, à notre formation aux mesures de porosité.

J'adresse également mes remerciements à G. Platret et ses collaborateurs pour les analyses thermiques et les analyses par diffractométrie des rayons X.

- Dans les laboratoires Régionaux des Ponts et Chaussées :

G. Loos, à Strasbourg, et sous sa direction plusieurs stagiaires, ont étudié la solubilisation de la silice en milieu alcalin. J'ai particulièrement aimé son contact franc et direct, ainsi que sa rigueur, dans tous les aspects du travail ;

M. Bouzanne et son équipe, au Laboratoire Régional de l'Est Parisien, se sont chargés de la très grande majorité des analyses chimiques, et je les remercie de leur souci constant de la qualité des résultats.

- À l'université Paris-Sud :

P. Massard et A. Perruchot, ainsi que J. Lombardi, se sont penchés sur la cinétique de formation des gels de réaction. Les échanges que j'ai pu avoir avec eux ont toujours été très enrichissants.

J'ai également eu l'occasion – et le plaisir – de travailler avec de nombreux autres collègues. Je leur suis très reconnaissante d'avoir pris le temps de s'intéresser à mes problèmes alors que leur emploi du temps s'en serait bien passé !

Sans la patience et la bonne humeur de J. Lafon, toujours prêt à modifier ses montages et recherchant avec obstination les solutions les plus astucieuses, nos moyens d'essais auraient beaucoup perdu de leur précision et de leur originalité. Avec lui, c'est aussi toute l'équipe de la section Études et Fabrication que je remercie chaleureusement, y compris leur ancien "patron", M. Moreau. Je pense tout particulièrement à E. Merliot, qui m'a fait bénéficier de ses talents de dessinateur pour de nombreuses illustrations de ce manuscrit.

Au sein de la SDOA, où B. Mahut a pris la succession de B. Godart tout en ayant la gentillesse de respecter la continuité de mon travail, j'ai souvent mis à contribution C. Abdunur, dont la maîtrise des subtilités de la langue anglaise est bien connue au LCPC, et M. Tiveron, lui aussi toujours prêt à rendre service, qui m'a fait bénéficier de ses connaissances en informatique, pour le plus grand bien de notre base de données. J'ai également été sensible aux attentions discrètes de C. Abgrall, notre secrétaire.

Avec toute l'équipe de la dalle d'essais, pilotée par I. Schaller, et avant elle par R. Eymard, les relations ont toujours été sympathiques et solidaires, pour la gestion des matériels comme pour celle des locaux, sujet pourtant particulièrement épineux au LCPC. Merci à tous !

De par la nature de cette recherche, j'ai sollicité tout particulièrement la division Bétons et Ciments pour Ouvrages d'Art du LCPC, avec à sa tête P. Acker que je remercie vivement pour l'intérêt qu'il m'a porté et le temps qu'il a consacré à la relecture de ce manuscrit. Notre travail de bétonnage a toujours été facilité par la gentillesse avec laquelle A. Belloc et ses coéquipiers nous prêtaient certains accessoires dont nous ne disposions pas. Je me souviens également de la manière très amicale dont J. J. Serrano m'a prêté main forte lorsque j'ai utilisé des mortiers à base de résine pour les besoins de la métrologie. J'ai par ailleurs souvent bénéficié des connaissances précieuses des différents membres de cette division.

J'ai beaucoup apprécié l'aide de G. Legeay, qui m'a permis de me familiariser avec le calcul d'incertitude pour nos moyens de mesure, ainsi que les participations de J. Le Behec et B. Fournier à nos soucis d'étalonnage.

Un grand merci aussi à C. Gauthier et J. C. Borgotti, de l'UMR 113, qui ont tout de suite accepté de réaliser des mesures de gammadensimétrie, pour lever un doute sur une interprétation importante.

Par ailleurs, j'ai plaisir à témoigner ma reconnaissance à tous ceux qui ont facilité le bon déroulement de ce travail. Je signalerai en particulier l'aide très efficace que m'a apportée le service de l'Information Scientifique et Technique par l'intermédiaire de M. Bougon et A. Le Roux pour les recherches bibliographiques, S. Proeschel pour les traductions, et T. Prost pour la reproduction.

R. Coquelle, J. Lacube, R. Maunoir, J. Perdereau et A. Zelwer ont largement contribué à venir à bout des caprices de la micro-informatique. Enfin, que toutes les autres personnes qui m'ont permis, de près ou de loin, de mener à bien cette thèse trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude, et pour n'en citer qu'une, j'aurai une pensée spéciale pour notre "indien", A. Remtoula !

Je ne terminerai pas ces remerciements sans me tourner vers ma famille. Fort heureusement, la vie ne s'arrête pas à la porte du laboratoire et le contexte familial détermine très fortement notre joie de vivre, se répercutant directement sur notre enthousiasme, tant dans la vie privée que dans la vie professionnelle. Par sa patience, son optimisme et sa bonne humeur, mon mari a su m'aider à garder le moral quoiqu'il arrive et, depuis la naissance de Philippe, comme il est facile de se changer les idées à la maison ! Grâce à ses quatre grands-parents et à leur aide tout-à-fait déterminante pour l'achèvement de cette thèse, je pense qu'il ne gardera pas un trop mauvais souvenir de l'intérêt que je porte à mon travail...

Résumé

Ce travail allie une approche théorique, basée sur la mécanique des milieux poreux réactifs, à une approche expérimentale importante, afin de mieux comprendre le fonctionnement d'un béton atteint d'alcali-réaction (plus précisément, de réaction alcali-silice).

L'intérêt de la modélisation se manifeste dès la conception du programme d'essais, en orientant le choix des principaux paramètres – apports d'eau, température et contraintes – et en induisant une méthodologie d'étude qui établit un parallèle entre les effets macroscopiques et les causes microscopiques de l'alcali-réaction.

Le volet expérimental a porté sur les déformations, fissurations, variations de poids et caractéristiques mécaniques de plus de six cents éprouvettes, en gonflement libre ou sous contrainte uniaxiale.

Parallèlement, l'évolution de la microstructure du matériau a été étudiée par différentes techniques: microscopie électronique à balayage, visualisation des produits de réaction par fluorescence des ions uranyle, calculs minéralogiques.

Les principaux résultats expérimentaux ont été établis sur des bétons ordinaires à base de granulats calcaires (réactifs ou non) et de ciment Portland artificiel. Ils concernent principalement :

- l'absence d'influence de l'état de contrainte du matériau sur l'évolution des processus physico-chimiques constituant l'alcali-réaction, ce qui permet d'envisager un calcul d'ouvrage par une approche de type 'déformations chimiques imposées',
- le caractère secondaire, sur le plan du gonflement macroscopique, des phénomènes de nature osmotique, et la prépondérance de l'effet de la localisation des produits de réaction,
- le rôle primordial, vis-à-vis du gonflement, de la quantité d'eau disponible au moment de la formation des produits de réaction,
- la possibilité d'obtention de déformations atteignant 0,1% à partir de la seule eau de gâchage non utilisée par l'hydratation du ciment,
- l'indépendance des phénomènes de transport d'eau par rapport à la présence d'alcali-réaction,
- l'existence d'un seuil de dessiccation en dessous duquel l'alcali-réaction est bloquée jusqu'à l'arrivée de nouveaux apports d'eau,
- la quantification de l'hétérogénéité intrinsèque, justifiant l'introduction d'un aléa sur le gonflement asymptotique,
- le suivi de l'évolution des caractéristiques mécaniques, montrant le maintien des résistances en compression et en traction par fendage et une chute de l'ordre de 30% du module d'Young, liée à la fissuration des éprouvettes,
- l'explication de l'origine de l'anisotropie du gonflement libre, due au sens du coulage et à l'anisotropie du béton, indépendamment de l'alcali-réaction,
- la compréhension des causes de la forme sigmoïdale des courbes de gonflement, résultant de l'augmentation de l'espace poreux au fur et à mesure du développement de l'alcali-réaction et donc de la plus grande facilité de diffusion,
- la mise en évidence de l'importance de la phase d'accélération des phénomènes (notion de temps de latence), dont la durée dépend des apports d'eau extérieurs, mais surtout de la température (dont l'effet est essentiellement cinétique).

Ces résultats ont permis d'identifier les ordres de grandeur des paramètres fondamentaux d'une loi de comportement décrivant l'évolution d'un béton du même type que celui de plusieurs ouvrages atteints d'alcali-réaction, dans le Nord de la France.

Abstract

A theoretical approach has been combined with an experimental one in order to better understand the mechanical behaviour of a concrete affected by Alkali-Aggregate Reaction (AAR), and more precisely by Alkali-Silica Reaction.

The interest of a model, based on the mechanics of reactive porous media, first appears with the design of the experimental program, which involves more than six hundred samples. A first simple model has affected the choice of the main parameters (external water supply, temperature and stress) and also led us to consider a link between the mechanical consequences and the internal causes of AAR.

Experimental data on deformations, cracking, weight variations and mechanical properties have been gathered. Furthermore, various techniques have allowed us to study the evolution of the material microstructure: scanning electron microscopy, visualization of the reaction products by fluorescence of the uranyl ion, mineralogical calculations.

The main results are as follows:

- The state of stress does not affect the development of the physico-chemical mechanisms involved in AAR. A method, based on 'imposed chemical deformations', may thus be proposed for calculating the structures concerned.
- Osmotic pressure (or imbibition) appears to play a secondary role on the swelling owing to AAR, which results from the location of the reaction products.
- The quantity of water available when the products are formed is a major factor of the swelling amplitude and kinetics.
- Swelling can reach 0.1%, using only the water still available after cement hydration.
- If the loss of water reaches a critical value, AAR simply stops, waiting for further water supply.
- The intrinsic swelling heterogeneity was quantified; it emphasized the interest of a probabilistic framework for modelling AAR.
- Monitoring the evolution of the mechanical properties showed that the compressive and splitting tensile strengths are not affected by AAR, whereas the Young's modulus decreases by about 30%, because of cracking.
- The causes of the free swelling anisotropy are related to the casting direction and concrete anisotropy, regardless of AAR.
- The S-shaped deformation curves are due to the increase in the porous space while concrete swells, making diffusion easier and hence accelerating the physico-chemical mechanisms.
- The swelling acceleration stage greatly determines the deformation kinetics of an AAR-affected concrete. External water supply and, above all, temperature have a major influence on the duration of this stage.

All these results have enabled us to identify the parameters of a more advanced model describing the free swelling of a concrete similar to that of many affected structures in Northern France.

Mots-clés

Béton hydraulique, Calcaires, Alkali-réaction, Expérimentation, Modélisation, Milieux poreux, Déformation, Anisotropie, Cinétique, Caractéristiques mécaniques, Contrainte, Fluage, Retrait, Fissuration, Teneur en eau, Humidité relative, Porosité, Température, Osmose, Microstructure, Microscopie électronique à balayage, Texture, Produits de réaction, Gels, Mécanismes réactionnels

Key-words

Concrete, Limestone, Alkali-Aggregate Reaction, Tests, Modelling, Porous Media, Deformation, Anisotropy, Kinetics, Mechanical properties, Stress, Creep, Shrinkage, Cracking, Water (moisture) content, Relative Humidity, Porosity, Temperature, Osmosys, Microstructure, Scanning Electron Microscopy, Texture, Reaction Products, Gels, Chemical mechanisms

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	3
RÉSUMÉ.....	6
ABSTRACT.....	7
MOTS-CLÉS.....	8
SOMMAIRE.....	9
INTRODUCTION.....	14

CHAPITRE 0 : CADRE DE L'ÉTUDE..... 18

CHAPITRE I : MÉCANISMES RÉACTIONNELS

A. PRÉSENCE SIMULTANÉE D'ETTRINGITE ET DE PRODUITS D'ALCALI-RÉACTION.....	22
B. MÉCANISMES TOPOCHIMIQUES.....	23
I. Pressions d'imbibition.....	23
II. Pressions osmotiques.....	25
III. Localisation des réactions, rôle du calcium.....	26
IV. Phase de gonflement.....	27
V. Rôle de l'eau.....	28
VI. Rôle de la température (hors cinétique).....	28
C. MÉCANISME TRANS-SOLUTION.....	29
I. Pourquoi différents produits d'alcali-réaction ?.....	29
II. Aspects cinétiques de l'alcali-réaction.....	33
III. Rôle de l'eau dans les mécanismes trans-solution.....	36
D. CONCLUSIONS sur les mécanismes réactionnels.....	36

CHAPITRE II : DE LA MODÉLISATION À L'EXPÉRIMENTATION

A. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	41
B. PRINCIPE GÉNÉRAL DE LA MODÉLISATION.....	43
I. Définition du système.....	43
II. Réactions chimiques dans un milieu déformable.....	43
C. BILAN DES DONNÉES NÉCESSAIRES À L'APPROFONDISSEMENT DE LA MODÉLISATION, CONCEPTION D'UN PROGRAMME EXPÉRIMENTAL.....	49
I. Identification de l'étape limitante.....	49
II. Quantification de l'avancement de la réaction.....	50
III. Couplage entre la chimie et la mécanique.....	51
IV. Rôle de la température.....	51
V. Rôle de l'eau.....	52
VI. Comportement mécanique du matériau.....	53

CHAPITRE III : MOYENS ET MÉTHODES D'ESSAIS

A.	RÉALISATION DES ÉPROUVETTES DE BÉTON	55
I.	Choix des granulats	55
II.	Choix du ciment	57
III.	Choix des formulations	57
IV.	Mode opératoire	59
V.	Planification des essais	60
B.	CONSERVATION DES ÉPROUVETTES	61
I.	En gonflement sous contrainte	61
II.	En gonflement libre	62
C.	SUIVI DES ÉPROUVETTES	63
I.	Mesures longitudinales	64
II.	Mesures transversales	72
D.	DISTINCTION ENTRE ERREUR ET HÉTÉROGÉNÉITÉ	75
E.	MODES OPÉRATOIRES DES ESSAIS DESTRUCTIFS	79
I.	Analyse minéralogique	79
II.	Essais de fluorescence	82
III.	Observations par microscopie électronique à balayage	83
IV.	Essais mécaniques	83
F.	MODES OPÉRATOIRES DES ESSAIS IN VITRO	85
I.	"Simulation" de l'alcali-réaction en dehors du béton	85
II.	Solubilisation de la silice en milieu alcalin	85
	RÉCAPITULATIF DU PLAN D'EXPÉRIENCE	86

PRÉLIMINAIRE

CHAPITRE IV : ÉVOLUTION DES CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES

A.	ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE	89
I.	Résultats d'essais de laboratoire sur éprouvettes	89
II.	Résultats d'essais de laboratoire sur poutres	91
III.	Étude de structures existantes	93
IV.	Conclusions de l'analyse bibliographique	94
B.	RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX	94
I.	Résistance en compression	94
II.	Module d'Young	97
III.	Courbes contrainte-déformation	100
IV.	Coefficient de Poisson	100
V.	Résistance au fendage	101
C.	CONCLUSIONS SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES	103

CHAPITRE V : ANISOTROPIE DU GONFLEMENT LIBRE, EFFET DE LA POROSITÉ

A.	ANISOTROPIE DU GONFLEMENT LIBRE.....	104
I.	Présentation des résultats.....	105
II.	Recherche de l'origine de l'anisotropie.....	111
B.	EFFET DE LA POROSITÉ.....	119
C.	CONSÉQUENCES DES EFFETS CONJUGUÉS DE L'ANISOTROPIE ET DE LA POROSITÉ SUR L'INTERPRÉTATION DE RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.....	125
I.	Influence sur les performances mécaniques.....	125
II.	Influence sur l'amplitude des déformations.....	125
III.	Influence sur la forme des courbes de déformations.....	127
D.	CONCLUSION SUR L'ANISOTROPIE DU GONFLEMENT ET L'EFFET DE LA POROSITÉ.....	130

CHAPITRE VI : RÔLE DE L'EAU

A.	GONFLEMENT ASYMPTOTIQUE.....	132
I.	Influence de la quantité d'eau absorbée.....	132
II.	Influence de l'historique des apports d'eau.....	133
III.	Effet de l'eau non consommée par l'hydratation.....	136
B.	ORIGINE DU GONFLEMENT.....	137
I.	Rappel du scénario de gonflement osmotique.....	137
II.	Forme en "S" des courbes de gonflement.....	138
III.	Réponse à l'immersion.....	138
IV.	Effet de seuil.....	144
V.	Migration de l'eau dans un béton réactif.....	149
VI.	Retrait des éprouvettes réactives.....	150
C.	CONCLUSIONS SUR LE RÔLE DE L'EAU.....	154

CHAPITRE VII : INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE, QUANTIFICATION DE L'AVANCEMENT DE L'ALCALI-RÉACTION

A.	À L'ÉCHELLE MACROSCOPIQUE.....	156
I.	Comparaison des essais à 23 et 38°C.....	156
II.	Comparaison des essais à 38 et 60°C.....	158
B.	À L'ÉCHELLE MICROSCOPIQUE.....	162
I.	Observations des produits de réaction.....	162
II.	Quantification de l'avancement de l'alcali-réaction au sein du béton.....	166
C.	CONCLUSIONS SUR LE RÔLE DE LA TEMPÉRATURE.....	172

CHAPITRE VIII : DE L'EXPÉRIMENTATION VERS L'IDENTIFICATION D'UN MODÈLE

A.	MÉTHODE DE DÉPOUILLEMENT DES COURBES DE DÉFORMATIONS	173
B.	DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES CARACTÉRISTIQUES	175
	I. Éprouvettes en enceinte à 38°C.....	175
	II. Éprouvettes en réacteur à 38°C.....	177
	III. Éprouvettes à poids constant à 38°C.....	179
	IV. Éprouvettes immergées dans de l'eau à 33°C.....	180
	V. Éprouvettes en réacteur "à 60°C".....	180
	VI. Éprouvettes en enceinte à 23°C.....	182
C.	VARIATION DES PARAMÈTRES CARACTÉRISTIQUES	183
	I. Temps caractéristique.....	183
	II. Temps de latence.....	189
E.	CONCLUSIONS SUR LE "RETOUR À LA MODÉLISATION"	191

CHAPITRE IX : EFFET DES CONTRAINTES

A.	ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	193
	I. Résultats expérimentaux.....	193
	II. Prise en compte de l'influence des contraintes dans les modélisations macroscopiques de l'alcali-réaction.....	195
B.	MESURE DES DÉFORMATIONS SOUS CONTRAINTES	196
	I. Principe des essais.....	196
	II. Gonflement longitudinal.....	199
	III. Gonflement transversal.....	201
	IV. Gonflement volumique.....	203
	V. Comportement après déchargement.....	204
	VI. Apports des essais destructifs.....	207
C.	CONCLUSIONS SUR L'EFFET DES CONTRAINTES	208
	CONCLUSIONS	209
	BIBLIOGRAPHIE	217

ANNEXE 1 : MATÉRIAUX

A.	GRANULATS	231
	I. Analyses chimiques par fusion.....	231
	II. Analyses chimiques par attaque acide.....	232
	III. Analyses thermiques (ATG/ATD).....	233
	IV. Diffractométrie des rayons X.....	240
	V. Analyses minéralogiques.....	247
	VI. Analyses granulométriques.....	251
	VII. Mesures de surface spécifique.....	256

VIII. Caractéristiques physiques.....	257
IX. Observations par microscopie électronique à balayage	257
B. CIMENT.....	266
I. Analyses chimiques et thermiques	266
II. Composition potentielle selon BOGUE.....	267

ANNEXE 2 : MÉTHODES D'ANALYSE

A. DIFFRACTOMÉTRIE DES RAYONS X.....	269
B. ANALYSES THERMIQUES	269
C. MÉTHODES D'ANALYSES CHIMIQUES (texte de M. Bouzanne, LREP).....	270
I. Introduction :	270
II. Essais préliminaires :	270
III. Analyses physico-chimiques :	272
IV. Conclusions	273
V. Références.....	274

ANNEXE 3 : MESURES DIMENSIONNELLES

INCERTITUDE SUR LES MESURES PAR PFENDER (EXTENSOMÈTRE À BILLES).....	276
1. Corrections d'étalonnage.....	276
2. Reproductibilité des mesures sur une base	279
3. Incertitude sur une base de mesure.....	279
4. Exploitation des résultats.....	279
INCERTITUDE SUR LES MESURES TRANSVERSALES.....	282
1. Corrections d'étalonnage.....	282
2. Reproductibilité des mesures ponctuelles.....	283
3. Incertitude sur une mesure ponctuelle	284
4. Exploitations des résultats.....	284
INCERTITUDE SUR LES MESURES PAR CORDES VIBRANTES.....	286
1. Incertitude sur le coefficient extensométrique d'une corde.....	286
2. Incertitude sur la mesure par corde (avec coefficient moyen)	288
ISOTROPIE D'UN GONFLEMENT D'ORIGINE THERMIQUE, SUR ALUMINIUM ET SUR BÉTON	289
COMPARAISON PFENDER / RÉTRACTOMÈTRE.....	291

ANNEXE 4 : FISSURATION.....296

ANNEXE 5 : RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES

I. Influence d'un sous-dosage en ciment.....	310
II. Spécificité de la technique de mise en évidence des produits de réaction par fluorescence des ions uranyle.....	315
III. PREMIERS RÉSULTATS DES ANALYSES MINÉRALOGIQUES.....	319
IV. ANALYSES CHIMIQUES QUALITATIVES DES PRODUITS D'ALCALI-REACTION.....	320

INTRODUCTION

L'alcali-réaction, et plus précisément la réaction alcali-silice, est connue, depuis plus de cinquante ans, comme responsable du gonflement et de la fissuration de structures en béton. Si cette pathologie n'est pas celle la plus fréquemment rencontrée sur les ouvrages, elle préoccupe néanmoins de nombreux pays.

Réaction chimique entre la silice réactive contenue dans certains granulats et la solution interstitielle du béton (très alcaline), l'expansion qu'elle provoque s'étale généralement sur plusieurs dizaines d'années. Elle peut engendrer des dégradations irréversibles sur les structures, allant de petits cratères et d'exsudations de gels sur les parements à une fissuration plus ou moins préjudiciable, à des déformations résiduelles importantes et, dans le pire des cas, à la rupture des aciers passifs.

Ce phénomène n'a été identifié en France qu'en 1976, sur un barrage. Dix années se sont écoulées avant qu'on ne le détecte de nouveau, cette fois-ci sur des ponts. Progressivement, le nombre de cas augmentant, en particulier pour les ponts, un réel besoin de recherche a émergé.

Pour éviter toute nouvelle construction de structures susceptibles d'être atteintes, de nombreux efforts ont tout d'abord porté sur la prévention. Le 2 août 1989, le Directeur des Routes mettait en place un comité de suivi et d'évaluation des recherches relatives aux réactions de dégradation interne du béton. Dès Janvier 1991, après consultation de ce comité, le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées publiait des "Recommandations provisoires pour la prévention des désordres dus à l'alcali-réaction". Ces recommandations perdaient leur caractère provisoire en Juin 1994. Il est prévu de les réactualiser en fonction de l'avancement des connaissances.

Toutefois, étant donné que plusieurs centaines d'ouvrages d'art français construits avant ces recommandations (ponts, barrages, murs de soutènement, etc.) sont officiellement recensés comme étant victimes d'alcali-réaction, il est également

nécessaire de s'intéresser au problème des ouvrages existants. Un premier axe de recherche consiste à trouver des moyens de réparation efficaces. Ceci est loin d'être facile et l'ensemble de la communauté scientifique n'a toujours pas résolu ce problème de façon satisfaisante.

Vu l'état des connaissances en matière de réparation et les sommes mises en jeu, un deuxième axe de recherche important consiste à trouver des critères pour bien choisir les ouvrages à traiter en priorité et prédire, même approximativement, à quelle échéance un ouvrage "malade" atteindra un seuil de dégradation intolérable. Ceci est d'autant plus intéressant que l'évolution de ce phénomène est lente et que, dans certains cas, ce dernier ne nuira pas au comportement de la structure.

Le but de ce travail est de réunir un ensemble cohérent d'informations sur le comportement macroscopique d'un béton atteint d'alcali-réaction et sur les conséquences mécaniques de cette pathologie.

La perspective que nous avons retenue consiste à nous placer dans le cadre de pensée d'un modèle macroscopique permettant de prévoir l'évolution d'une structure, grâce à une loi de comportement adaptée. Cette évolution est envisagée sous deux angles, la cinétique de dégradation et l'état final de la structure.

Après avoir analysé les mécanismes chimiques qui peuvent être à l'origine du gonflement, il s'agit, dans une première étape, d'élaborer une modélisation, aussi simple que possible, couplant la physicochimie et la mécanique. L'intérêt de ce modèle, et de sa simplicité, est triple :

- Il permet de mettre en commun l'apport des recherches réalisées dans des domaines très variés (chimie, géologie, mécanique, matériau, ouvrages d'art). Il se situe comme un carrefour à travers lequel les échanges sont possibles, ce que lui interdirait une trop grande sophistication. Ceci est particulièrement important lorsque de nombreuses personnes travaillent sur un même sujet.
- Il permet de concevoir un programme expérimental adapté pour aider à choisir des hypothèses pertinentes pour une modélisation plus fine.
- Il peut aider à la détermination des phénomènes physiques ou chimiques qui gouvernent l'évolution de la dégradation du matériau. En effet, l'alcali-réaction regroupe sous un même vocable tout un ensemble de processus, à différentes échelles, dont on ignore encore quels sont ceux qui déterminent le comportement mécanique d'un béton atteint. On peut citer, de façon non exhaustive, la solubilisation de la portlandite, "l'attaque" de la silice (topochimie ou trans-solution ?), la migration d'ions au sein du matériau (à quelle échelle ?), la formation de gels (ou de précipités ?), le gonflement présumé de ces produits en présence d'eau, la diffusion de cette eau au sein du volume poreux (à l'échelle du granulats, de l'éprouvette, de la structure ?). On manque encore de renseignements suffisants, au niveau microscopique, pour identifier clairement et de manière consensuelle les étapes qui ont des conséquences sur le comportement macroscopique du matériau.

Dans un second temps, on pourra chercher à traiter, grâce à cette modélisation, l'interaction entre le matériau et la structure. En effet, suivant la structure au sein de laquelle se produit le gonflement dû à l'alcali-réaction, ses conséquences sont plus ou moins néfastes, tout comme une dilatation d'origine thermique n'a pas la même incidence sur les contraintes, selon son caractère libre ou gêné.

L'aboutissement des recherches sur la thermoélasticité pourrait être considéré comme un objectif à atteindre : la loi de comportement thermoélastique est bien maîtrisée, et intégrée depuis des années dans les codes de calcul par éléments finis. Pour un béton atteint d'alcali-réaction, disposer d'une telle loi et l'intégrer dans un

code de calcul permettrait de prendre en compte ce phénomène dans la prévision de l'évolution d'une structure.

De manière plus générale, la prise en compte d'une transformation physico-chimique au sein du béton constitue aujourd'hui une difficulté réelle sur laquelle travaillent de nombreuses équipes de recherche. Au nombre de ces transformations, on compte bien sûr l'alcali-réaction et la réaction sulfatique (autre réaction chimique interne dégradant le béton), mais aussi l'hydratation du béton, le retrait endogène, le retrait de dessiccation, le fluage...

Une des difficultés auxquelles se heurte la modélisation de tels phénomènes est l'évaluation de l'intensité des couplages entre les phénomènes physico-chimiques et mécaniques, ainsi que leur caractère de réciprocité. Dans l'exemple précédent de la dilatation thermique, l'état de contrainte auquel est soumise une structure ne modifie pas sensiblement le champ de température qui y règne ; par contre, ce champ de température engendre de nouvelles contraintes au sein de la structure. De même, pour l'alcali-réaction, la réaction chimique engendre des contraintes dans le matériau, mais les sollicitations mécaniques extérieures peuvent éventuellement perturber le développement de la réaction chimique au coeur du béton. Si cet effet existe, il faut alors déterminer comment il influe sur la cinétique et sur l'ampleur de la réaction.

Devant le peu d'éléments disponibles sur ce sujet dans la littérature, nous avons entrepris d'apporter une réponse expérimentale. Nous avons donc cherché à évaluer l'avancement de la réaction au sein du béton. Face au manque de méthodes éprouvées, nous en avons testé plusieurs, de façon à voir si elles pouvaient être quantitatives. Ainsi, la philosophie qui a présidé à l'élaboration de notre programme expérimental a été de prévoir des essais destructifs, permettant de mener en parallèle d'une part des études sur l'évolution des déformations de bétons soumis à différentes sollicitations mécaniques, d'autre part sur le développement de la réaction au fil du temps. Ceci a eu pour conséquence de conduire à un nombre important d'éprouvettes testées. La mise au point des essais, et plus précisément des moyens de conservation, de mesure et d'étude des éprouvettes, représente une partie importante de ce travail.

Les renseignements sur le couplage entre la chimie et la mécanique ne suffisent pas à élaborer un modèle de comportement. En particulier, dans le cas de l'alcali-réaction, le rôle de l'eau, toujours souligné, n'est pas clairement identifié. L'eau est-elle nécessaire en tant que réactif ? Vient-elle *a posteriori* faire gonfler des produits déjà formés ? Sa diffusion dans le béton est-elle modifiée par l'alcali-réaction ?

Les mécanismes réactionnels eux-mêmes ne font toujours pas l'objet d'un consensus au sein de la communauté internationale. Or il nous faut disposer d'une base suffisamment solide pour proposer une modélisation. Nous avons fait une analyse approfondie de la littérature et travaillé en collaboration avec d'autres équipes, pour définir des études "in vitro" permettant d'approfondir les connaissances sur la réaction, en dehors du milieu béton. Ce travail a été réalisé dans le cadre d'un thème de recherche du LCPC sur les "réactions de gonflement dans les bétons". Nous avons également bénéficié des résultats obtenus dans l'un des sujets de ce thème entièrement consacré aux mécanismes réactionnels.

De manière plus générale, les nombreux résultats qui concourent à l'élaboration de la modélisation que nous proposons dépassent le cadre de cette thèse. Dans un chapitre "0", nous commencerons par préciser le rôle des différents intervenants.

Le premier chapitre sera ensuite consacré à l'étude bibliographique des mécanismes réactionnels.

Le second chapitre présentera le principe de modélisation que nous avons adopté, fera un bilan des données nécessaires et exposera le programme expérimental mis en oeuvre pour les obtenir.

Le troisième chapitre détaillera les moyens et méthodes d'essais choisis pour réaliser ce programme.

Les chapitres suivants présenteront les résultats obtenus, en réponse aux questions initiales.

Nous nous intéresserons tout d'abord, dans le chapitre IV, à l'évolution des caractéristiques mécaniques du matériau, avant d'analyser, dans le cinquième chapitre, l'origine de l'anisotropie du gonflement libre et l'effet de la porosité.

Les chapitres VI et VII aborderont le rôle de l'eau, puis l'influence de la température et la quantification de l'avancement de l'alcali-réaction au sein du béton.

Nous pourrions alors proposer, dans le chapitre VIII, une modélisation plus complète décrivant le comportement du béton au cours du développement de l'alcali-réaction.

Enfin, le chapitre IX traitera de l'effet des contraintes.

Nous concluons ce mémoire par un bilan des résultats et une discussion sur les perspectives ouvertes par ce travail pour élaborer une méthodologie d'étude des ouvrages atteints d'alcali-réaction.

CHAPITRE 0 : CADRE DE L'ÉTUDE

Il ne s'agit pas de confondre ce chapitre avec des remerciements, que je formule par ailleurs très volontiers. Il a pour objet de préciser le contexte dans lequel les différents résultats de ce mémoire ont été obtenus.

Ce travail s'inscrit dans un thème de recherche du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées sur les réactions de gonflement dans les bétons. À ce titre, même si cela peut paraître inhabituel dans un mémoire de thèse, il nous a semblé bon de présenter tout d'abord ce thème de manière générale, pour mieux situer notre contribution à cet effort de recherche collectif.

Ce thème (OA 6), animé par B. Godart de 1991 à 1995, a regroupé cinq sujets :

- n° 1 : Mise au point d'essais rapides et fiables de caractérisation des risques,
- n° 2 : Approfondissement de la connaissance du mécanisme physico-chimique de la réaction alcali-silice,
- n° 3 : Modélisation du gonflement et de ses effets mécaniques,
- n° 4 : Recherche sur le traitement des ouvrages,
- n° 5 : Développement d'un système expert (MACBETH).

Depuis 1996, les sujets nécessitant un approfondissement se poursuivent sous forme de recherches hors - thème.

En 1990, le sujet n°1, encadré par A. Le Roux, a été initialement créé pour pallier le manque d'essais adaptés à la détection de granulats réactifs. Puis de nombreux essais nouveaux ont été normalisés et il a fallu tester leur fiabilité et définir leur domaine d'application. Ce sujet a été particulièrement utile pour la mise au point des "Recommandations Provisoires pour la Prévention des Désordres dus à l'Alcali-Réaction" [LCPC. 1991], puis pour la rédaction de leur version définitive en 1994 [LCPC. 1994], ainsi que celle du "Guide pour l'Élaboration du Dossier Carrière" à la même époque [LCPC. 1994].

Le sujet n°2, piloté par R. Dron, découle des nombreuses controverses rencontrées dans la littérature à propos des mécanismes réactionnels qui peuvent être à l'origine du gonflement d'un béton "victime" d'alcali-réaction. S'opposent en particulier des théories basées sur l'osmose, d'autres sur la diffusion ionique au sein des granulats réactifs, d'autres encore sur la pression de cristallisation. Ce sujet a permis une amélioration des connaissances sur le déroulement de la réaction [Dron, Brivot. 1992, 1993].

Le sujet n°5, dirigé par F. X. Deloye, a eu pour vocation de fournir un outil convivial d'aide à la prévention et au diagnostic de l'alcali-réaction. Le système expert réalisé s'intitule MACBETH. Son objectif final est l'aide à la formulation de bétons conformes aux différentes normes (en particulier les normes NF P 18-305 et NF P 15-317 et NF P 15-319).

Le sujet n°4, sous la responsabilité de B. Godart, a permis la recherche de moyens spécifiques capables d'endiguer les dégradations produites par l'alcali-réaction. Ce sujet regroupait le suivi approfondi de l'évolution de plusieurs ouvrages atteints et des recherches sur l'efficacité des différents produits d'étanchéité, en laboratoire et sur ouvrages [Godart et al. 1996]. Il se poursuit encore aujourd'hui car il est très important de disposer de nombreuses mesures de suivi d'ouvrages réels pour pouvoir valider une modélisation de structures.

Le sujet n°3 a découlé du manque de moyens de réparation éprouvés et du nombre important d'ouvrages malades recensés. Son objectif ultime est d'aider à affiner le diagnostic sur les ouvrages existants. Comme responsable de ce sujet, j'ai travaillé en collaboration avec d'autres équipes pour obtenir le maximum de résultats utiles à la construction d'un modèle de comportement d'un béton atteint d'alcali-réaction. Ce modèle a été élaboré avec O. Coussy et les autres collaborations se sont concrétisées de deux façons :

- de nombreux partenaires du thème OA6 ont tout d'abord travaillé en amont de notre programme expérimental, puis directement sur les éprouvettes de béton coulées dans ce cadre,
- en renfort de notre propre travail, il nous a semblé bon de lancer d'autres études, sur des sujets complémentaires, définis en commun. Elles ont été réalisées en dehors du matériau béton.

Une première étude a été lancée en Novembre 1991 au Laboratoire de Géochimie des Roches Sédimentaires de l'Université Paris-Sud. Son objectif était de déterminer la cinétique de formation des produits d'alcali-réaction. Les résultats sont utiles directement au niveau de la formulation de la loi régissant cette cinétique dans le modèle que nous développons. Ce travail constitue une partie de la thèse de J. Lombardi, sous la direction des professeurs P. Massard et A. Perruchot. Les premiers résultats ont été publiés au dernier congrès sur l'alcali-réaction [Lombardi et al. 1996, a et b].

La seconde étude "in vitro" (hors béton) a été réalisée au Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées de Strasbourg, sous la responsabilité de G. Loos. Cette étude s'intéresse à la cinétique de solubilisation de la silice, en plaçant des granulats réactifs dans une solution alcaline. Elle concerne une étape majeure de l'alcali-réaction et a été conduite sur les matériaux que nous avons utilisés. Sa conception permet d'intégrer directement les résultats dans la modélisation [Loos. 1994 a].

Le démarrage des essais "in vivo", c'est-à-dire sur éprouvettes de béton, a été précédé par la conception, la réalisation et la validation des moyens d'essais. Cette première phase a été conduite, pendant plus de deux ans, avec l'aide de la section Électronique (M. Joly) et du service Matériel du LCPC (J. Lafon, sous la responsabilité de F. Derkx). Elle a permis la création et la mise au point d'un système de mesure des déformations diamétrales de cylindres, l'adaptation de capteurs à corde vibrante pour mesurer les déformations internes du béton sans les empêcher (en collaboration avec l'entreprise N. S. TELEMAT), l'automatisation de l'acquisition des résultats pour les dizaines de milliers de mesures que nous avons réalisées [Joly et al. 1994].

Ces mesures non destructives constituent le support de la modélisation que nous proposons. Démarrées en Novembre 1993, certaines se poursuivent encore. Elles ont été réalisées sur plus de six cents éprouvettes au sein de la Section Durabilité des Ouvrages d'Art, dont l'effectif et les compétences ont été renforcés par une étroite collaboration avec le Laboratoire Régional de l'Ouest Parisien (A. Laplaud).

Les essais destructifs sur béton ont été orientés selon deux axes de recherche :

- Le premier s'est intéressé à l'évolution de la microstructure et regroupe des observations au microscope électronique à balayage, la mise en évidence des produits d'alcali-réaction par fluorescence, des analyses chimiques et thermiques exploitées à travers un calcul minéralogique.

Les observations microscopiques réalisées sur nos échantillons constituent une étude à part entière. Cette étude, effectuée par N. Louarn au sein de la SDOA, fera l'objet de publications spécifiques. Ses conclusions seront données dans ce mémoire chaque fois qu'elles seront directement liées à l'une des questions abordées.

Les analyses minéralogiques ont été effectuées par N. Louarn, en collaboration avec F. X. Deloye, auteur du programme MINÉRAUX, adapté pour quantifier l'alcali-réaction [Deloye, Divet. 1992].

Les analyses chimiques nécessaires à l'utilisation de "MINÉRAUX" ont été réalisées au Laboratoire Régional de l'Est Parisien par le service de chimie (M. Bouzanne). Les analyses thermiques, également nécessaires, ainsi que des analyses chimiques complémentaires, ont été effectuées au LCPC (G. Platret, P. Touzé).

La méthode de visualisation des produits d'alcali-réaction a été mise en oeuvre par J. S. Guédon-Dubied et F. Martineau qui ont développé cette méthode au sein de la Section Géologie et Matériaux Naturels [Guédon, Martineau. 1992]. Les résultats ont fait l'objet d'une publication au dernier congrès sur l'alcali-réaction [Martineau et al. 1996].

- le second axe de recherche a été consacré à l'étude des caractéristiques mécaniques du matériau en cours d'évolution : module d'Young, résistance à la compression, résistance au fendage. Ces essais ont été réalisés au LCPC, avec le matériel de la division Bétons et Ciments pour Ouvrages d'Art (dont l'extensomètre J2P [Boulay & Colson. 1981]).

La gestion de tous les résultats recueillis au cours de ces différents essais a donné lieu à l'élaboration d'un système d'information comprenant une base de données, dont le moteur d'inférence est INGRES, ainsi qu'une interface homme-machine, réalisée à l'aide du langage de développement W4GL. Ce système d'information a été conçu et développé au sein de la Section Durabilité des Ouvrages d'Art par B. Lacaille.

Cette étude est donc bien le résultat d'un partenariat avec de nombreux intervenants qui ont travaillé sur l'alcali-réaction avec des approches variées et complémentaires. Ce bref chapitre permet de préciser le champ d'action des différentes équipes et d'orienter le lecteur vers les interlocuteurs les plus adaptés à son attente. Tout au long du texte de ce mémoire, nous nous attacherons à rappeler le rôle de chacun.

CHAPITRE I : MÉCANISMES RÉACTIONNELS

Intégrer dans un modèle macroscopique des renseignements sur des phénomènes se déroulant à l'échelle microscopique nécessite une bonne connaissance des phénomènes en question. Les produits formés par l'alcali-réaction à l'intérieur des bétons ou mortiers ont déjà été décrits en détail à plusieurs reprises [Bérubé & Fournier. 1986], [Moranville-Regourd, 1989], [Shayan & Quick. 1989], [Bérubé & Carles-Gibergues. 1992], [Larive & Louarn. 1992]. Pourtant, depuis des dizaines d'années, cette pathologie du béton fait toujours l'objet de très nombreuses recherches, et la polémique entre plusieurs "écoles" n'est pas totalement apaisée. Les aspects purement chimiques ont été fréquemment abordés, mais tous les auteurs n'ont pas la même vision des mécanismes réactionnels. On trouve encore des divergences, même au sujet des ions responsables de la dissolution de la silice réactive ! Le lien de cause à effet entre la (les) réaction(s) et l'expansion du béton est également source de désaccords.

En fait, au-delà de différences mineures, subsistent deux principaux courants de pensée. Le premier, auquel souscrit la majorité des auteurs, repose sur la notion de réaction topo-chimique et de sites réactionnels gonflants (les granulats) ; le second, fondé sur les principes de Le Châtelier, est basé sur le passage trans-solution et la diffusion ionique des réactifs.

Nous allons détailler ces deux points de vue, après avoir rappelé et analysé la formation concomitante d'ettringite, observée lors de l'alcali-réaction.

A. PRÉSENCE SIMULTANÉE D'ETTRINGITE ET DE PRODUITS D'ALCALI-RÉACTION

Avant de nous consacrer plus particulièrement à l'étude de l'alcali-réaction, abordons tout d'abord la question de la présence concomitante de produits d'alcali-réaction et d'ettringite secondaire. Ce phénomène a été signalé par de nombreux auteurs [Regourd et al. 1981], [Bérubé & Fournier, 1986], [Jones, 1988], [Shayan & Quick. 1992], [Larive & Louarn. 1992], [Johansen et al. 1993]. Les conséquences de la formation d'ettringite sur la durabilité du béton sont discutées.

Dès 1989, Deloye, se basant sur les mécanismes réactionnels, a mis l'accent sur les dangers de l'action conjuguée du soufre et des alcalins au sein du béton [Deloye. 1989]. La présence simultanée d'ettringite et de produits d'alcali-réaction dans des ouvrages dégradés par des réactions chimiques internes avait été bien illustrée par les observations au microscope électronique à balayage de N. Louarn [Louarn. 1989]. L'existence de nodules ferreux attestait que l'ettringite secondaire mise en évidence à l'interface pâte-granat était, au moins partiellement, due à une oxydation de pyrites.

Divet démontre, de façon théorique et expérimentale, que le paramètre essentiel qui gouverne l'oxydation des pyrites est la basicité du milieu, d'où la synergie entre la réaction sulfatique par attaque des granulats et l'alcali-réaction, sous réserve de l'accessibilité des pyrites et de la présence d'une quantité suffisante d'oxygène au coeur du béton [Divet & Davy. 1996].

Jones considère la formation d'ettringite comme l'une des conséquences secondaires de l'alcali-réaction, pouvant accentuer les désordres, au même titre que la carbonatation et la corrosion des armatures [Jones. 1988]. Il explique la formation de cette ettringite secondaire par dissolution-re cristallisation de l'ettringite primaire. Cette recristallisation est favorisée par l'augmentation de la perméabilité du béton lors de sa fissuration provoquée par l'alcali-réaction. Les gels de silicate de sodium, très proches de certains produits d'alcali-réaction, étant connus depuis la fin du siècle dernier pour favoriser la croissance des cristaux, il n'est pas étonnant de les rencontrer souvent intimement mêlés à des cristaux d'ettringite.

Selon Jones, les forces engendrées lors de la formation des cristaux d'ettringite contribueraient au gonflement du matériau. Cette même idée est soutenue par Regourd-Moranville, Hornain et Poitevin, qui ajoutent que la formation de l'ettringite, consommant du calcium, favorise la dissolution de la portlandite et libère ainsi de nouveaux ions hydroxyles pouvant attaquer la silice réactive [Regourd et al. 1981]. Shayan et Quick soutiennent ces deux idées [Shayan & Quick. 1992] mais insistent sur le fait que l'alcali-réaction se produit plus rapidement que la formation d'ettringite secondaire et que cette dernière ne peut jouer qu'un rôle secondaire dans la dégradation du béton.

Johansen, Thaulow et Skalny souscrivent à la thèse de l'antériorité de l'alcali-réaction par rapport à la formation d'ettringite. Par contre, ils affirment que les conditions de la recristallisation de l'ettringite ne sont pas celles pour lesquelles la croissance des cristaux peut engendrer une pression de cristallisation. En effet, il faudrait que la recristallisation se produise à partir d'une solution sursaturée, ce qui n'est pas le cas. Il n'y aurait donc d'après eux aucune augmentation des désordres liée à cette ettringite secondaire [Johansen et al. 1993].

Nous allons maintenant nous intéresser aux mécanismes de l'alcali-réaction.

B. MÉCANISMES TOPOCHIMIQUES

Une réaction chimique est dite "topochimique" lorsque le lieu où elle se produit est fixé par les conditions mêmes de son déroulement. C'est le cas pour une réaction solide-liquide ayant lieu à l'interface, sans qu'il y ait nécessairement passage en solution d'entités provenant du solide réagissant.

S'appuyant sur cette notion de réaction topochimique, deux mécanismes principaux sont évoqués pour expliquer le gonflement macroscopique d'un matériau siège d'alcali-réaction. Il s'agit de la pression d'imbibition et de la pression osmotique, que nous allons présenter plus en détail dans les deux paragraphes suivants. Un troisième paragraphe précisera le rôle du calcium dans la localisation des réactions, puis nous expliciterons la phase "gonflante" des mécanismes proposés. Nous nous attacherons enfin à identifier le rôle de l'eau et de la température (en dehors de son influence sur la cinétique des phénomènes).

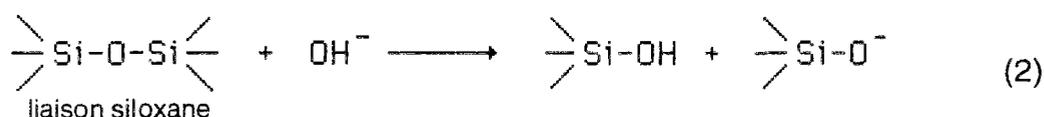
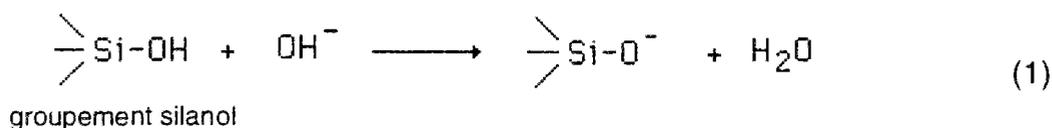
I. Pressions d'imbibition

Dent Glasser et Kataoka, suivis en cela par de nombreux auteurs, évoquent, comme responsable des gonflements consécutifs à l'alcali-réaction, la pression d'imbibition. Cette notion est très proche de la notion de pression osmotique. Ces deux phénomènes ont en commun leur cause : une différence de potentiel chimique d'un même corps présent dans deux régions distinctes. Leur différence essentielle réside dans le fait que, dans le cas de la pression d'imbibition, il n'est pas nécessaire de faire intervenir une membrane semi-perméable séparant les régions de potentiels chimiques différents. Cette séparation est réalisée par le produit de réaction lui-même car il est insoluble dans le liquide [Dent Glasser, 1979].

De façon générale, les conditions nécessaires à l'apparition d'une pression d'imbibition lors de l'immersion d'un matériau dans de l'eau sont les suivantes [Dent Glasser & Kataoka, 1980] :

- ce matériau doit être très peu soluble,
- suffisamment poreux,
- de polarité comparable à celle de l'eau de façon à ce que le potentiel chimique de l'eau absorbée diminue,
- il doit enfin pouvoir se déformer, au moins dans une dimension.

Dans le cas particulier de l'alcali-réaction, à la suite de Dent Glasser, la plupart des auteurs s'accordent à penser que ce sont les ions hydroxyles qui attaquent les groupements silanols puis les ponts siloxanes de la silice, suivant les réactions [Dent Glasser & Kataoka, 1981 a] :



L'attaque des ponts siloxanes (2) est grandement facilitée par les défauts de cristallinité de la silice [Dent Glasser & Kataoka. 1981 b].

Cette étape initiale est admise par la très grande majorité des auteurs, même si certains affirment que ce sont les ions alcalins et non les ions hydroxyles qui sont à l'origine de la dissolution de la silice car ils observent des gonflements d'éprouvettes de mortier, même quand celles-ci sont plongées dans une solution saline de chlorure de sodium (de pH = 7) [Wilson et al. 1994]. Ces résultats sont confirmés par d'autres auteurs [Jensen et al. 1982], [Chatterji et al. 1987]. Dron & Brivot les expliquent clairement : ils sont dus à une réaction qui se produit avec les aluminates de la pâte de ciment, laquelle libère des ions hydroxyles après formation de sels de Friedel [Dron & Brivot. 1992]. Prince et Pérami ont par ailleurs montré expérimentalement de façon très convaincante que ce sont bien les ions hydroxyles qui dissolvent la silice, et non les ions alcalins [Prince & Pérami. 1993].

Dans le même temps, pour maintenir l'électroneutralité, des ions Na^+ et K^+ diffusent à l'intérieur du granulat "ionisé" par les réactions (1) et (2) et sont adsorbés, formant ainsi un gel de silicate alcalin [Dent Glasser & Kataoka. 1979]. L'eau contenue à l'intérieur de ce gel (voir réaction (1)) est attirée par les alcalins pour former leur cortège d'eau d'hydratation. A cause de cela, son potentiel chimique diminue et devient plus faible que l'eau de la solution interstitielle environnante. C'est pourquoi cette dernière diffuse vers le gel, créant alors une pression d'imbibition. La silice, ainsi transformée en polyélectrolyte gélatineux, gonfle en absorbant une grande quantité de liquide.

Ce liquide n'est pas de l'eau pure : les ions présents en solution sont eux aussi entraînés. De nouveaux ions OH^- arrivent ainsi et peuvent alors poursuivre la dissolution des granulats. Les pressions d'imbibition générées deviennent de plus en plus fortes, pouvant finalement provoquer la fissuration du granulat et/ou de la pâte de ciment [Dent Glasser. 1979].

Dent Glasser et Kataoka distinguent deux moments où peut se produire un gonflement :

- au moment où les ions OH^- et alcalins pénètrent à l'intérieur du granulat encore solide : la pression s'exerce alors sur tout le solide environnant et peut provoquer des fissures ;
- au moment où l'eau pénètre par imbibition dans le gel visqueux de silicate alcalin : la pression augmente lorsque les pores connectés et les fissures existantes sont remplis. La pression augmente aussi si la vitesse de pénétration de l'eau dans le gel est plus rapide que la vitesse de déplacement du gel dans le milieu poreux.

Une étude de l'évolution des concentrations des ions hydroxyles, alcalins et de la silice en solution a permis, à partir de silice solide sous forme de silica gel, de calculer la pression d'imbibition théoriquement obtenue. Les valeurs sont très variables en fonction des proportions initiales de constituants, mais deux faits importants se dégagent [Dent Glasser & Kataoka. 1981 b] :

- La pression, tout comme la quantité de silice dissoute, passe par un maximum lorsque le rapport $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ initial augmente [Dent Glasser & Kataoka. 1981 a]. Ceci contribue à expliquer la notion de "pessimum content". En anticipant sur le chapitre consacré à la modélisation, remarquons dès maintenant que ce phénomène (diminution des gonflements lors de l'utilisation de quantités croissantes de certains types de granulats au sein d'un béton) est retrouvé, qualitativement et quantitativement, dans la modélisation des mécanismes

réactionnels de l'alcali-réaction proposée par Sellier, Bournazel et Mébarki [Sellier et al. 1996].

- Pour des solutions initiales de NaOH 0,7 M, les valeurs de pression calculées dépassent la résistance à la traction de la pâte de ciment (elles sont de l'ordre de 5 MPa).

L'apparition de la fissuration facilite la diffusion et favorise la poursuite du phénomène jusqu'à épuisement d'un réactif (ions hydroxyles, ions alcalins, silice, eau).

Un point important mentionné par Dent Glasser et Kataoka est que, lorsque la surface spécifique ou la réactivité de la silice est faible, ou que le volume de silice réactive est grand, c'est-à-dire vraisemblablement dans tous les cas de béton réels, la vitesse de la réaction est contrôlée par la vitesse de diffusion de la solution basique à l'intérieur du granulat [Dent Glasser & Kataoka. 1981 a].

Le rôle spécifique du calcium est peu abordé par Dent Glasser et Kataoka. Suite à une discussion ouverte à ce sujet par Bensted dans Cement and Concrete Research, leur réponse est que les ions calcium ne jouent pratiquement aucun rôle dans l'attaque initiale de la silice et que, probablement, ils ne réagissent avec le gel de silicate alcalin que plus tard, lorsque celui-ci s'exsude dans la pâte de ciment à travers les microfissures formées [Dent Glasser & Kataoka. 1981 c].

Ce sujet est de nouveau abordé par ces auteurs en 1982 pour signaler qu'en cas de forte concentration d'ions calcium en solution, il se forme tout d'abord du C-S-H contenant probablement des ions alcalins puis, lorsque la concentration en ions calcium a ainsi beaucoup diminué, la réaction se poursuit comme en absence de calcium [Dent Glasser & Kataoka. 1982]. Ces auteurs reconnaissent ignorer les conséquences de ce phénomène sur le caractère expansif de la réaction.

Le rôle du calcium est au contraire fortement souligné par d'autres auteurs pour lesquels ce dernier détermine le gonflement du béton. Nous y reviendrons ultérieurement.

II. Pressions osmotiques

Le mécanisme de gonflement proposé par Ludwig et Sideris [Ludwig & Sideris. 1975] repose sur la théorie des pressions osmotiques. Il s'appuie sur les travaux de Sideris [Sideris, 1974] et ceux de Nürnberg, Wolf, Hirche [Ludwig & al. 1973, 1974], Wishers, Locher, Bonzel, Niemeyer, Smolczyk, Sprung et Dahms [Wishers & al. 1973].

- Les alcalis dissolvent l'acide silicique réactif et forment dans le granulat une solution colloïdale de silicate alcalin.
- La pâte de ciment entourant le granulat est imperméable aux ions d'acide silicique et perméable aux ions alcalins, calcium et hydroxyles : c'est une membrane semi-perméable.
- Les ions alcalins et calcium migrent de la solution interstitielle vers le granulat réactif.
- Les ions calcium qui diffusent également dans le granulat font coaguler la solution de silicate alcalin.
- La pression osmotique est proportionnelle à la différence de concentration entre la solution de silicate alcalin dans le granulat et la solution interstitielle. La pression maximale qui peut théoriquement apparaître dans le granulat réactif est d'environ

17 MPa. Cette valeur est obtenue par calcul, avec de nombreuses hypothèses concernant les différentes concentrations ioniques mais aussi la réactivité, la granulométrie et la répartition des granulats réactifs, ainsi que la porosité de la pâte de ciment. Certains coefficients sont tirés de la littérature. Le résultat final ne peut être considéré que comme un ordre de grandeur.

- Cette pression, non uniforme à l'intérieur du granulat, décroît linéairement de l'extérieur vers l'intérieur.
- Elle engendre, dans un béton à la température du laboratoire, des contraintes supplémentaires de traction de l'ordre de 1,5 MPa.

Les auteurs concluent que l'alcali-réaction peut être minimisée, voire évitée, par le séchage des structures en béton, qui empêche toute migration trans-solution...

Un important point de désaccord entre ce mécanisme et celui proposé par Dent Glasser réside dans la notion de membrane semi-perméable. On ne voit pas comment la pâte de ciment, imperméable aux ions siliciques, pourrait être perméable aux gels d'alcali-réaction, or on observe dans le béton de nombreux produits d'alcali-réaction dans les pores ou la pâte de ciment.

III. Localisation des réactions, rôle du calcium

Chatterji, Jensen, Thaulow, Christensen évoquent eux aussi la diffusion des ions de la solution interstitielle vers les granulats réactifs, progressivement dissous [Chatterji et al. 1986]. En revanche, ils insistent tout particulièrement sur le rôle du calcium, présent en très faible quantité dans la solution, mais libéré par dissolution de la portlandite au fur et à mesure de sa consommation [Chatterji. 1979].

Les ions calcium, divalents, réagissent avec la silice dissoute pour former un produit de réaction qui empêche la diffusion des ions siliciques loin des granulats. Ainsi, leur volume est augmenté par celui de la solution aqueuse d'hydroxyde alcalin qui pénètre à l'intérieur. La barrière de produit de réaction, formée en présence d'ions calcium, localise le gonflement et génère des pressions importantes.

Là encore en contradiction avec d'autres auteurs, Wilson, Cabrera et Zou affirment que, pour supprimer l'expansion d'un béton contenant des granulats réactifs, il faut maintenir dans la solution interstitielle une valeur élevée de la concentration en ions calcium [Wilson et al. 1994]. Pour eux, il se forme alors des gels riches en calcium dont le potentiel de gonflement est très faible par rapport à celui de gels, pauvres en calcium mais riches en alcalins, obtenus lorsque la concentration en ions calcium de la solution interstitielle est faible (ce qui est en fait le cas général dans le béton).

Wang et Gillott ont également étudié le rôle de la portlandite sur la réaction alcali-silice [Wang & Gillott, 1991 a et b]. Leur conclusion est que la portlandite a pour effet de maintenir un pH élevé de la solution interstitielle, ce qui fournit les ions hydroxydes nécessaires à l'attaque de la silice, puis les ions calcium viennent se substituer aux alcalins des gels gonflants de silicates alcalins, ce qui permet une nouvelle formation de ces produits. Le gonflement ne serait donc pas dû à l'effet des ions calcium eux-mêmes mais seulement au fait que les ions alcalins sont régénérés en solution.

En fait, les résultats de Wang et Gillott sont essentiellement basés sur les capacités de gonflement des produits de réaction à partir de leur état sec [Wang & Gillott, 1991 b]. Or, comme le fait remarquer Dron [Dron et al., 1994], la naissance d'un gel "sec", fixant ensuite de l'eau ne correspond pas à une réalité physique. Les résultats obtenus peuvent s'expliquer très simplement par le fait que les liaisons avec les ions calcium, divalents, sont moins facilement déformables que les liaisons avec les ions alcalins, monovalents.

IV. Phase de gonflement

Dans les développements précédents, les différentes étapes de l'alcali-réaction ne sont pas envisagées individuellement. L'ensemble du processus est considéré comme responsable du gonflement du béton.

Certains auteurs insistent au contraire sur son découpage en deux phases distinctes [Diamond & al; 1981], [Jones. 1987]. Ils distinguent :

- un stade I purement chimique de formation du produit de réaction à l'intérieur des granulats réactifs. Ce stade comprend les étapes (I.a.) de migration des réactifs vers les granulats et (I.b.) de réactions chimiques de rupture des liaisons de la silice, produisant un gel qui contient déjà une importante quantité d'eau, sous forme dispersée dans son réseau solide,
- un stade II, apparaissant nettement après le démarrage, voire après l'achèvement du premier, durant lequel le béton gonfle.
 - Ce stade est composé d'une première étape (II. a) d'absorption d'eau par le produit formé, car le potentiel chimique de la solution interstitielle est plus élevé que celui de l'eau piégée à l'intérieur du gel lors de la formation de ce dernier. Cette absorption d'eau, par imbibition, est la cause des gonflements, localisés au niveau des grains réactifs. Les capacités d'absorption d'eau des gels et leur aptitude à engendrer des pressions lorsqu'on empêche leur gonflement ont été testées à partir de gels de synthèse dont on a fait évaporer toute l'eau [Struble & Diamond. 1981 a, b]. Les résultats sont très variables et ne sont pas directement liés à la composition chimique. En particulier, la présence de calcium n'empêche pas certains gels d'être très "gonflants" à partir de l'état sec. De même, il n'y a pas de lien entre le gonflement libre d'un gel et les pressions qu'il engendre sous gonflement empêché. Dans certains cas, les gonflements sous contraintes sont supérieurs au gonflement libre, dans d'autres, l'application d'une charge conduit rapidement à une complète liquéfaction du gel.
 - Les gonflements dus à l'absorption d'eau par le gel se poursuivent tant qu'il ne peut se disperser loin des sites où il a été formé (étape II. b.). Cette dispersion dépend de la viscosité des gels, elle-même liée à leur composition chimique.

Diamond explique ainsi la forme sigmoïde des courbes de gonflement, à partir d'observations réalisées sur un mortier : pendant la période où les éprouvettes ne gonflent pas la réaction chimique se produit (il en suit le déroulement par détermination de la consommation des ions hydroxydes de la solution interstitielle extraite du mortier), puis le produit formé absorbe du fluide, gonfle et fait gonfler le matériau. Il insiste aussi sur le fait que ce gonflement peut être important même sans apport d'eau extérieur, suite à une simple redistribution de l'eau interstitielle dans le béton.

V. Rôle de l'eau

Dans tous les mécanismes précédemment cités, l'eau a une influence fondamentale sur le gonflement du béton. Le scénario, plus ou moins nettement identifié en fonction des auteurs, peut être décrit par l'un ou l'autre des deux processus schématiques suivants, intervenant après la réaction topochimique d'altération du réseau siliceux :

1. une diffusion ionique par osmose au sein du granulat :

solution aqueuse + granulat → augmentation de volume

ou

2. un mouvement d'eau engendrant une pression d'imbibition :

produit de réaction formé dans le granulat + eau → augmentation de volume

L'augmentation de volume produisant un gonflement macroscopique du matériau est, suivant cette logique, toujours localisée dans les granulats.

VI. Rôle de la température (hors cinétique)

Les essais de gonflement d'éprouvettes en béton étant très souvent accélérés par une élévation de température, nous nous sommes intéressés aux conséquences secondaires que cela pouvait avoir, en dehors de cet effet accélérateur bien connu.

Uhran explique qu'une élévation de la température provoque une diminution de la solubilité de la portlandite et une augmentation de celle de la silice [Uhran, 1987]. Il affirme également que les ions calcium se combinent à la silice dissoute, préférentiellement aux ions sodium et potassium, formant alors des C-S-H ayant des propriétés liantes. C'est seulement en cas de forte concentration en alcalins par rapport à la concentration en calcium que les ions alcalins vont pénétrer à l'intérieur de la silice en cours de dissolution, provoquant une augmentation de son volume. Dans ce cas, une augmentation de température, ayant tendance à diminuer la concentration en calcium, favoriserait le gonflement du béton.

Jones s'intéresse à l'effet de la température sur les différents stades de l'alcali-réaction proposés par Diamond [Jones, 1988]. Pour lui, deux effets majeurs interviennent. Au cours du stade I.a (migration des réactifs vers les granulats), il affirme que les gels d'alcali-réaction, en raison de la polarité des liaisons qu'ils contiennent, jouent un rôle actif dans la diffusion des réactifs. La composition de ces gels détermine en grande partie leur capacité d'attraction des réactifs. Ainsi la température, influant sur leur composition, pourrait modifier l'amplitude de l'alcali-réaction. De même, dans le stade II. a (absorption d'eau par les gels formés), les capacités de gonflement des gels pourraient varier en fonction de leur structure et donc de la température, tout comme leur viscosité, qui intervient directement dans le stade II. b (dispersion des gels loin des granulats). Il conseille donc de ne pas extrapoler des résultats d'essais obtenus à température élevée avant d'avoir vérifié que, dans le cas étudié, la température ne modifie pas les déformations finales du matériau.

C. MÉCANISME TRANS-SOLUTION

En France, de nombreux auteurs restent fondamentalement attachés à la vision trans-solution de Le Châtelier car ce principe s'est déjà avéré fructueux en chimie des ciments depuis bien des années. Le postulat de base de Le Châtelier est que toutes les réactions chimiques se produisent dans la solution interstitielle après passage à l'état ionique des différents éléments des espèces minérales.

I. Pourquoi différents produits d'alcali-réaction ?

Nous avons observé, tout comme de nombreux autres auteurs, que les produits d'alcali-réaction présentent au microscope électronique à balayage des textures très variées [Larive & Louarn. 1992], [Louarn & Larive. 1993]. Dans notre présente étude, N. Louarn a mis en évidence l'existence de deux principaux types de produits dès le début de la réaction. Il s'agit d'une part de produits "lisses", ne présentant aucune texture particulière jusqu'à un grossissement de 5000, et d'autre part de produits "microgrenus" (ou précipités), formés d'entités de taille micrométrique. On trouve ensuite, à des échéances plus tardives, des produits mieux organisés, de faciès très varié* .



Photo 1.1 : Produit lisse de type "gel" remplissant une bulle d'air (G : x 275)

Les principaux éléments constitutifs des produits de réaction sont le silicium, le calcium, le potassium, auxquels sont presque toujours associés un peu d'alumine et de fer. Les analyses chimiques ponctuelles sur un même produit, mêmes quantitatives [Lombardi. 1992], mettent en évidence une composition très hétérogène. Cette hétérogénéité se retrouve a fortiori entre les différents produits.

Toutefois, les analyses qualitatives par spectrométrie X à dispersion d'énergie (sonde EDAX) montrent que :

* Les analyses des différents produits de réaction sont présentées en annexe 5.

- la majorité des formes "gels" contiennent peu (voire quasiment pas) d'alcalins, les proportions entre le silicium et le calcium étant très variables,
- les formes "microgrenues" ou "précipités" sont plus riches en alcalins que les "gels",
- les formes "organisées" sont particulièrement riches en potassium et la hauteur du pic de sodium est sensiblement plus élevée pour les produits "en efflorescences" que pour tous les autres, pour lesquels il est souvent à peine visible.

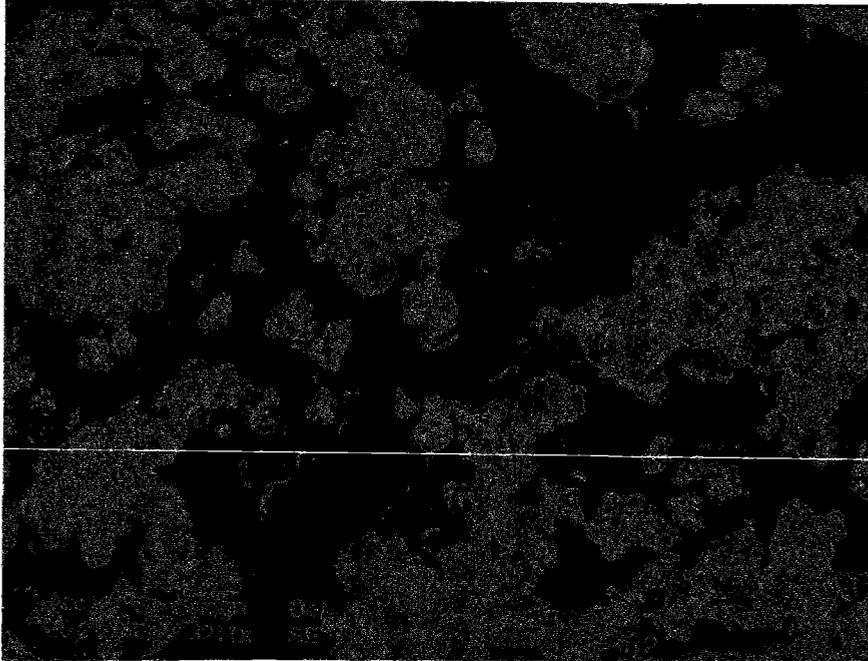


Photo I. 2 : Produits microgrenus, ou précipités, à la surface d'un gel (G : x 3 211)

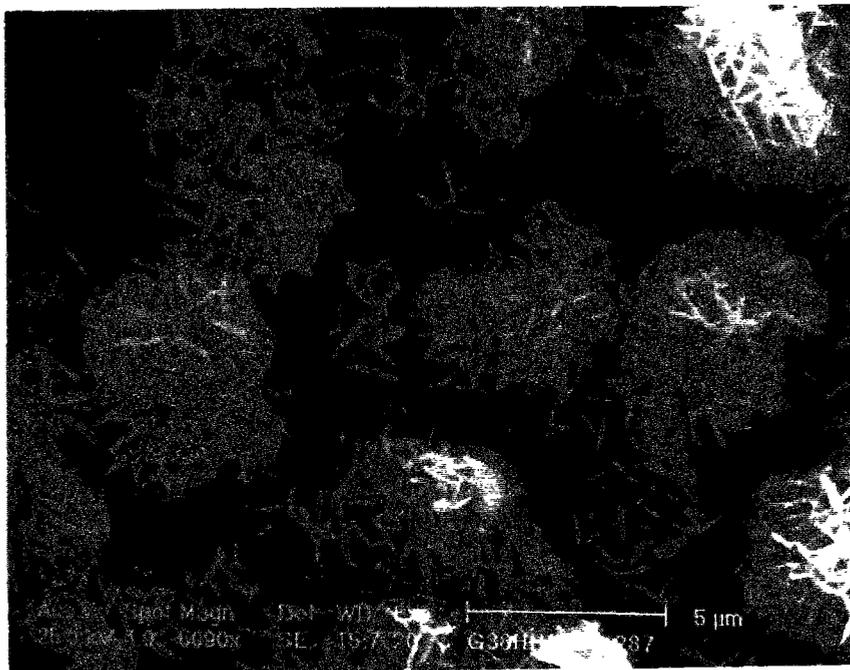


Photo I. 3 : Produits organisés sous forme de roses des sables (G : x 5090)

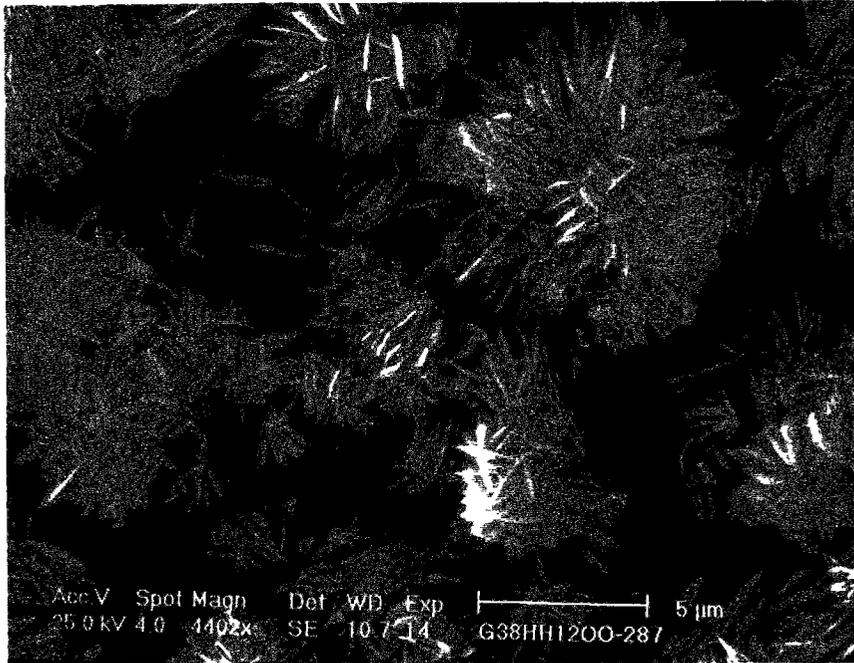


Photo I. 4 : Produits organisés sous forme de feuillets (G : x 4 402)



Photo I. 5 : Produits organisés sous forme d'efflorescences (G : x 2016)

Comme nous allons le voir ci-dessous, Dron et Brivot expliquent parfaitement la présence simultanée des formes amorphes et des précipités [Dron & Brivot. 1992].

1. Mécanisme réactionnel

- La surface de la silice réactive est affectée par un processus topochimique superficiel de rupture des ponts siloxanes, consommant des ions OH^- et accompagné par une chimisorption des ions alcalins.
- Cette couche superficielle passe en solution sous l'effet de l'attaque hydroxylique des siloxanes et les ions silicate diffusent dans la solution.
- Autour des particules de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, la solution est saturée en ions calcium, qui diffusent vers des zones de concentration plus faible.
- Lorsque des ions silicate et des ions calcium se rencontrent dans une solution riche en hydroxydes de sodium ou de potassium, il y a formation de produits de réaction.
- La nature des produits de réaction dépend des concentrations en silice, calcium et alcalins de la solution [Way & Shayan. 1993], [Dron & Brivot. 1996] :
 - si la silice est consommée au fur et à mesure de sa mise en solution, alors on forme des précipités de structure essentiellement silicocalcique (contenant très peu d'alcalins) que l'on peut observer au microscope électronique à balayage, généralement sous forme de produits microgrenus ;
 - si, par suite de l'absence d'ions calcium, la concentration de la silice en solution augmente, la solution de silicate alcalin peut migrer par diffusion dans l'espace poreux du béton et, en présence de cristaux de portlandite, les dissoudre pour former un complexe soluble [Dron & Brivot. 1992, 1993], [Nieto et al. 1995].
- Ces complexes silico-calciques, très instables, vont coaguler rapidement pour former, au sens strict du terme, des gels d'alcali-réaction contenant des quantités importantes d'alcalins faisant partie de leur structure. Ces gels sont caractérisés au microscope électronique à balayage par leur texture lisse.

Remarquons que, sur nos bétons, nous rencontrons effectivement les deux formes de produits, gels et précipités. Par contre, les formes "gels" ont une composition qualitative (obtenue par sonde EDAX) essentiellement silicocalcique, avec pas ou peu d'alcalins ; les formes "précipitées" contiennent au contraire une quantité importante de silice et d'alcalins, le calcium étant nettement minoritaire.

Mieux que par microscopie électronique à balayage, on peut distinguer ces deux familles de produits par diffractométrie des rayons X : les précipités diffractent bien alors que les gels ne donnent qu'un halo de diffusion.

D'autres formes, cristallisées ou présentant au moins une organisation géométrique, fréquemment mentionnées dans la littérature et observées dans de nombreux ouvrages, ont également été rencontrées dans nos éprouvettes de béton. Nous avons observé que leur apparition en quantité importante est postérieure à l'apparition des gels et des précipités (après environ 9 mois pour des éprouvettes conservées à 38°C, 100% H.R.) et que **ces formes organisées (feuilletés, rosettes, efflorescences...)** se forment au cours d'une période durant laquelle les éprouvettes ne gonflent plus. Elles sont une évolution vers un état thermodynamiquement plus stable des gels d'alcali-réaction [Way & Shayan. 1993].

On voit que, dans le mécanisme trans-solution, les produits de réaction ne se forment pas forcément à l'interface pâte-granulat. Les vitesses de dissolution de la silice, de diffusion des ions calcium en solution, la concentration initiale en alcalins déterminent la nature et la localisation des produits de réaction.

2. Origine du gonflement

Pour reprendre les termes de Dron et Brivot, ces auteurs considèrent que les produits de réaction ne sont pas “gonflants” en eux-mêmes, mais que l'énergie qui leur permet de mettre en traction la pâte de ciment provient des étapes réactionnelles se déroulant dans des conditions très éloignées de l'équilibre, c'est-à-dire des étapes pour lesquelles la variation d'énergie libre de la réaction n'est pas nulle [Dron & Brivot. 1993].

Ainsi, la formation de précipités n'engendrerait pas de désordres, alors que celle de gels pourrait provoquer des dégâts mécaniques irréversibles [Dron et al. 1997].

3. Cinétique de dissolution de la silice

Dès 1992, Dron et Brivot se sont intéressés à la cinétique de dissolution de la silice en milieu alcalin [Dron & Brivot. 1992]. Ils ont en particulier montré la très grande variation de cette vitesse de dissolution suivant le type de silice attaquée (de l'ordre de 1 pour un granulats réactif de quartzite de Brix à 2000 pour l'opale du Massif Central). Ils ont également introduit la notion de “réactivité” des granulats, qui est une valeur intrinsèque permettant de comparer la sensibilité de différents granulats aux milieux hyperbasiques.

II. Aspects cinétiques de l'alcali-réaction

La solubilisation de la silice en milieu alcalin est évidemment une étape importante de l'alcali-réaction mais l'étude de sa cinétique n'est théoriquement pas suffisante, à elle seule, pour comprendre la cinétique de l'ensemble du processus, en raison du rôle important du calcium dans la formation des produits d'alcali-réaction et des modifications cinétiques qui peuvent en résulter.

L'intérêt de l'étude de la cinétique globale de l'alcali-réaction est double :

- la mesure d'un temps caractéristique de la réaction dans des conditions données pourrait permettre de faire le lien avec la durée du gonflement du béton sur éprouvette ou sur structure ;
- la mise en évidence d'une étape limitante, imposant sa cinétique à l'ensemble du processus, simplifierait la modélisation de l'alcali-réaction à l'échelle macroscopique.

Dans cette optique, nous avons lancé une collaboration avec Messieurs P. Massard, A. Perruchot et J. Lombardi, de l'Université Paris-Sud, sur un projet de détermination de la cinétique de formation des gels d'alcali-réaction.

Son principe consiste à étudier, in vitro, une réaction considérée comme représentative de l'alcali-réaction. La première étape a donc consisté à faire une hypothèse sur le mécanisme réactionnel, avant d'aborder le suivi cinétique de cette réaction.

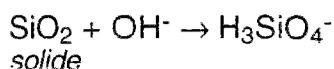
1. Mécanisme réactionnel

L'hypothèse retenue repose sur les points suivants [Lombardi et al. 1996 a] :

- Après plus de 600 analyses ponctuelles¹, les résultats, normalisés à 100% et exprimés en pourcentage d'oxyde², montrent que les quatre constituants majeurs des produits d'alcali-réaction³ – SiO₂, CaO, K₂O, Na₂O – ont des teneurs respectives variant de façon considérable : de 3,20 à 85,4% pour SiO₂, de 1,45 à 68,45% pour CaO, de 1,10 à 33,70% pour K₂O et de 0 à 7,60% pour Na₂O.
- Ces très fortes dispersions s'observent à toutes les échelles : d'une zone à l'autre d'un échantillon de béton et dans une même zone, à quelques microns d'intervalle. Le rapport C/S des produits analysés varie entre 0,05 et 13, ce qui montre bien l'extrême hétérogénéité des produits formés.
- Il existe une excellente corrélation entre le pourcentage de CaO et le pourcentage de SiO₂ alors qu'aucune corrélation n'apparaît avec les oxydes alcalins.
- La très grande majorité des valeurs du rapport C/S se situe entre 0,2 et 0,5 et même entre 0,4 et 0,5, avec une moyenne de 0,43.
- Après évolution dans des conditions comparables à celles des éprouvettes de béton étudiées (60°C et 100% H.R.), des produits synthétiques de rapports C/S initiaux 0,5 et 1 voient ce rapport se regrouper vers une valeur proche de 0,5.
- La comparaison à l'aide d'un microscope électronique à balayage (Philips 505) des faciès des produits naturels et de synthèse (après évolution) montre leur très forte ressemblance : tous deux présentent une surface microgrenue aux dimensions caractéristiques identiques. Leur composition chimique est également analogue [Lombardi. 1992].
- Les ions alcalins ne font pas partie de la structure de ces produits d'alcali-réaction. Leur détection lors des analyses chimiques est due au piégeage de la solution interstitielle dans le réseau solide des produits d'alcali-réaction [Lombardi et al. 1996 b]. Ces résultats confirment les observations de Davies et Oberholster [Davies & Oberholster. 1988].

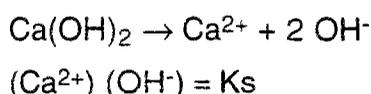
En conséquence de toutes ces observations, le mécanisme suggéré pour schématiser la formation des produits d'alcali-réaction dans le béton est le suivant [Lombardi et al. 1997]:

- La silice est dissoute par les ions hydroxydes de la solution interstitielle :



C'est la seule étape irréversible intervenant dans le processus de formation des produits d'alcali-réaction et c'est l'étape limitante du processus global.

- La portlandite de la pâte de ciment se dissout au fur et à mesure de la consommation des ions OH⁻, pour respecter la valeur du produit de solubilité K_s :

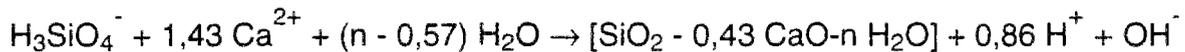


¹ par spectrométrie X à dispersion d'énergie (EDS LINK AN 10000 couplé à un MEB Philips 505)

² à l'aide du programme LINK ZAF 4 PB, adapté à l'analyse des surfaces rugueuses

³ prélevés dans les plus gros pores d'éprouvettes de béton conservées 28 jours à 60°C, 100% d'humidité relative

- Dès que la silice rencontre les ions calcium, il se forme un précipité :



C'est une formule moyenne représentant un produit type, considéré comme caractéristique.

Cette approche ne reflète pas l'entière complexité de l'alcali-réaction ni la grande variété des produits formés. Son intérêt, malgré son caractère simplificateur, réside dans le fait qu'elle décrit le cas des précipités, très fréquemment rencontrés dans les bétons d'après les observations au MEB.

2. Mesure de la cinétique

Le principe proposé par l'Université Paris-Sud pour la mesure de la cinétique de l'alcali-réaction consiste à étudier préalablement – sur des gels synthétiques de composition analogue à un gel naturel "type" – les échanges cationiques gel/solution entre le calcium et le strontium, utilisé comme traceur. Dans une seconde étape, de la silice réactive est placée dans une solution dont la composition est analogue à celle de la solution interstitielle d'un béton, mais dopée en strontium. La quantité de gel formée est alors évaluée à différentes échéances par simple mesure du strontium restant en solution. Cette méthode fait l'objet de la thèse de J. Lombardi [*Lombardi, 1996*].

À température ambiante, pendant les trois premières semaines, la vitesse de formation du gel est constante. Ensuite, le manque de solution interstitielle surnageante a rendu impossible la mesure de la concentration en strontium.

Cette constance initiale de la cinétique est cohérente avec l'hypothèse formulée sur la dissolution de la silice, hypothèse que nous allons préciser dans le paragraphe suivant.

3. Origine du gonflement

Selon P. Massard, A. Perruchot et J. Lombardi, le moteur de l'alcali-réaction est l'affinité de la réaction de dissolution de la silice. Cette dernière reste constante tout au long du processus. En effet :

- la portlandite se dissout rapidement et est présente en quantité abondante et homogène dans une pâte de ciment à base de ciment Portland artificiel ;
- la silice est alors consommée par la formation de produits de réactions, au fur et à mesure de sa mise en solution ;
- l'affinité, différence de potentiel chimique, reste donc constante, toujours égale à la valeur du potentiel de la silice solide.

Dans ces conditions, la réaction s'arrête par épuisement d'un réactif (silice, ions hydroxydes ou calcium).

L'aspect stationnaire du phénomène, jusqu'à son arrêt brutal, montre que la cinétique de formation des produits d'alcali-réaction n'est pas modifiée par la présence des produits déjà formés. Cela démontre, **a posteriori**, l'intérêt d'une étude cinétique en milieu purement alcalin.

Le gonflement s'explique par la formation des produits de réaction dans un espace confiné. Cette formation provoque localement l'apparition de contraintes, la mise en traction de la pâte de ciment, sa microfissuration, puis le gonflement macroscopique du matériau. Ce gonflement est directement lié à la formation des produits de réaction.

Sibbick et Page ont constaté que l'amplitude du gonflement et sa vitesse initiale augmentent, pour un granulats donné, avec la quantité de $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ contenue dans le béton [Sibbick & Page. 1992]. Ceci s'explique très simplement par le fait que, toutes choses égales par ailleurs, plus il y a d'alcalins, plus la solution interstitielle est basique, donc plus on dissout de silice, plus on forme de produits d'alcali-réaction et plus le matériau gonfle. Ces observations sont également compatibles avec les mécanismes de formation topo-chimique car, plus il y aura de produits formés, plus ils absorberont de grandes quantités d'eau.

On retiendra également de leur travail que la période de latence (temps nécessaire avant le démarrage du gonflement) est plus brève lorsque la quantité de $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ croît, ceci de façon plus ou moins nette suivant les granulats. Cette période de latence reste au moins de 1 mois, même avec 7 kg/m^3 de $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$.

Dans le scénario proposé par l'équipe de l'université Paris-Sud, la réaction se produit à vitesse constante et s'arrête faute de réactifs. La vitesse de formation du "gel" d'alcali-réaction est égale à la vitesse initiale de dissolution de l'opale dans un milieu purement alcalin de concentration équivalente.

Dans le mécanisme proposé par Dron et Brivot, lors de l'apparition des complexes silicate-calcium, on tend vers un équilibre – fonction de la concentration en alcalins – entre la silice solide et la silice dissoute. L'affinité de la réaction diminue au cours du temps. Au terme de cet équilibre, l'affinité de la réaction de dissolution de la silice devient nulle.

III. Rôle de l'eau dans les mécanismes trans-solution

Dans tous les mécanismes de réaction trans-solution, l'eau joue essentiellement le rôle de milieu réactionnel. Toutes les réactions se déroulent en solution aqueuse et la diffusion n'est possible qu'à travers cette solution. Si le réseau liquide entre les différents réactifs ne permet pas une circulation suffisante, ils ne peuvent réagir ensemble.

La quantité initiale d'eau au moment du malaxage, la possibilité d'apports extérieurs vont déterminer la vitesse et l'intensité des réactions. Dans les deux familles de mécanismes, purement topo-chimiques ou trans-solution, l'eau est un des éléments fondamentaux de la réaction.

D. CONCLUSIONS SUR LES MÉCANISMES RÉACTIONNELS

Il ressort de cette étude bibliographique que, même si des avancées importantes ont été faites dans la compréhension des phénomènes, le sujet reste très controversé. Le dernier congrès sur l'alcali-réaction ne nous semble pas apporter d'éléments nouveaux susceptibles de trancher la question. Par exemple, pour Wieker, Hübert et Ebert [Wieker et al. 1996], le produit responsable du gonflement est un silicate alcalin ; pour Lombardi, Massard, Perruchot, c'est un gel silico-calcique ; pour la majorité des auteurs, c'est un produit silico-calco-alcalin...

Comment tirer des enseignements de tous ces mécanismes, parfois complémentaires mais souvent contradictoires ? Dans certains cas, l'analyse bibliographique suffit. Par exemple, le rôle fondamental des ions hydroxydes dans la dissolution de la silice nous paraît aujourd'hui incontestable et les arguments allant dans un autre sens ne résistent pas à une étude approfondie.

Dans d'autres cas, il est plus difficile d'avoir une opinion définitive à la seule vue de la littérature. En particulier, l'eau n'est-elle que le milieu réactionnel nécessaire au déroulement de réactions chimiques dans lesquelles elle n'est impliquée qu'en très faible quantité ? Est-elle un réactif qui participe à la formation des produits de réaction, ou bien ne fait-elle gonfler les produits de réaction qu'après leur apparition ? La notion de pression d'imbibition est séduisante mais les principes de Le Châtelier se sont déjà révélés très fructueux en chimie des ciments et, finalement, à l'échelle macroscopique, ces deux points de vue ne sont pas antinomiques.

Nous disposons de deux moyens principaux pour nous forger une opinion. Le premier est constitué par les nombreuses observations microscopiques qui ont été réalisées, à différentes échéances, sur les éprouvettes de notre étude ; le second réside dans les résultats de mesure des variations macroscopiques de poids et de longueur d'éprouvettes de béton soumises à différentes conditions de conservation. Ce second type de renseignement sera détaillé ultérieurement. Nous allons anticiper légèrement sur l'exposé de notre programme expérimental en faisant référence à quelques résultats de microscopie électronique à balayage directement liés aux mécanismes réactionnels.

La notion de membrane semi-perméable, constituée par la pâte de ciment, empêchant la diffusion de la silice, nous paraît incompatible avec la présence de nombreux produits de réaction (contenant cette silice dissoute) loin de tout granulat.

Au début de la réaction (aux échéances de 1 et 2 mois), on observe principalement un voile très fin (d'une épaisseur de l'ordre du micron), qui semble être constitué essentiellement de silice, et qui recouvre largement l'échantillon. Pour les éprouvettes âgées de plus de 2 mois (conservées à 38°C, en humidité saturée), on trouve, dans des zones bien délimitées, les produits de réaction habituels : gels et précipités. Ce voile est donc vraisemblablement le précurseur des produits de réaction [Jehenne et al. 1996] et les éléments qui le composent peuvent se déplacer dans le béton .

Les produits de réaction ne sont pas situés uniquement à l'interface pâte-granulat. C'est pourquoi, malgré le grand nombre d'auteurs qui souscrivent à l'idée d'une localisation des gonflements dans les granulats, on ne peut adhérer à cette hypothèse qu'à condition d'admettre que les produits de réaction migrent après leur formation, et que cette migration se fait sans répercussion à l'échelle macroscopique. Cette migration *a posteriori* ne fait pas l'unanimité.

On peut également s'interroger sur l'étape limitante qui impose sa cinétique à l'ensemble du processus. Est-ce la diffusion des ions hydroxydes vers la silice réactive, la dissolution de la silice, la dissolution de la portlandite, la diffusion des ions calcium, la formation des produits de réaction, leur éventuel gonflement ultérieur par absorption d'eau ? Pour répondre en partie à ces questions, on peut se baser sur les affirmations suivantes :

- La quantité d'eau de gâchage utilisée pour les bétons ordinaires est très supérieure à la quantité d'eau nécessaire à l'hydratation du ciment (souvent plus de 2 fois). La solution interstitielle du béton est très basique (pH voisin de 13). On peut donc penser que les ions hydroxydes sont toujours très proches des granulats et que, lorsqu'ils sont consommés, la distance qu'ils ont à parcourir pour rééquilibrer les concentrations ioniques est petite.

- Lorsqu'on utilise un ciment Portland artificiel, on observe dans la pâte de ciment durcie des cristaux de portlandite très nombreux (près de 25% des hydrates) et bien répartis dans la pâte de ciment. On en trouve en plus grande quantité autour des granulats et sur les parois des bulles. L'équilibre de dissolution de la portlandite, régi par son produit de solubilité, est rapidement atteint. En début de réaction, la silice rencontre donc des ions calcium dès sa dissolution. Par la suite, après épuisement local de la portlandite, les distances de diffusion ionique augmentent mais restent faibles.
- La formation des précipités est quasi instantanée (observations Lombardi, Massard & Perruchot) ; la coagulation des complexes en gels est rapide, de l'ordre de la journée (observations Dron & Brivot).

L'étape limitante de l'alcali-réaction semble donc être la dissolution de la silice, à condition toutefois que des ions hydroxydes puissent accéder à cette silice. Les hydroxydes (ions alcalins et ions hydroxydes qui les accompagnent) étant connus pour leur grande mobilité, cette condition est certainement toujours remplie car les hydrates sont connectés et restent saturés tant que l'humidité relative ne descend pas en dessous de 35%, mais, en fonction des conditions locales de diffusion, la vitesse de l'attaque pourra être sensiblement modifiée.

Au terme de cette étude bibliographique, le mécanisme réactionnel de l'alcali-réaction ne nous paraît pas clairement et définitivement établi. De plus, nous ne sommes pas d'accord avec la cause communément évoquée du gonflement : *"Il se forme autour des granulats des gels hydrophiles qui gonflent par absorption d'eau"*.

En effet, lorsque l'eau est disponible à volonté, les produits de réactions – qui ne sont pas uniquement des gels – peuvent se former directement avec toute l'eau qu'ils veulent et il n'y a aucune raison pour qu'ils gonflent a posteriori.

Par ailleurs, dans nos essais de gonflement libre en humidité saturée à 38°C, nous n'observons pas, pendant la phase de gonflement, de produits de réaction dans les granulats ; ceci ne se produit qu'après au moins 9 mois d'essais accélérés, durant une période pendant laquelle le gonflement est déjà stabilisé.

De plus, les produits de réaction ne sont pas uniquement localisés à l'interface pâte-granat, et rien ne nous paraît démontrer que ces produits migrent après leur formation. Au contraire, le mécanisme réactionnel proposé par Dron et Brivot justifie une migration des réactifs, sous forme ionique, avant formation des produits de réaction.

Nous retiendrons de cette analyse deux idées principales :

- Quel que soit son rôle, la présence d'eau en grande quantité est nécessaire pour un développement important de l'alcali-réaction.
- Lorsque l'eau est disponible à volonté, la réaction de solubilisation de la silice semble être l'étape limitante de l'alcali-réaction. Cette réaction peut être étudiée en dehors du milieu béton.

Notre démarche ultérieure va reposer sur ces deux idées :

- nous chercherons à approfondir le rôle de l'eau par des mesures et des observations sur des éprouvettes de béton soumises à diverses conditions expérimentales et également en nous basant sur les observations faites sur ouvrages réels ;
- nous modéliserons l'effet de l'alcali-réaction directement à l'échelle macroscopique, sans chercher à faire un passage micro-macro qui reposerait sur des bases qui ne nous paraissent pas assez solides.

CHAPITRE II : DE LA MODÉLISATION À L'EXPÉRIEMENTATION

Les cas où une transformation physico-chimique au sein d'un matériau modifie son comportement mécanique sont nombreux. Dans le seul domaine du Génie Civil, et plus particulièrement du béton, on peut citer la réaction d'hydratation du ciment, qui gouverne l'évolution des caractéristiques mécaniques du béton, le retrait endogène qui l'accompagne, le retrait de dessiccation, gouverné par les transformations liquide-vapeur, le fluage, dont l'origine est moins bien cernée, mais qui devrait pouvoir être considéré dans la même optique.

L'alcali-réaction est un autre exemple illustrant cette problématique. Il s'agit d'une réaction chimique au sein d'un milieu déformable. Le développement de la réaction va engendrer une déformation macroscopique du béton. Parallèlement, une déformation d'origine indépendante de la réaction chimique, provoquée par une cause extérieure, est susceptible, en cas de couplage chimie-mécanique, de modifier l'avancement de la réaction. La détermination de ce couplage apparaît donc comme une étape importante, orientant la modélisation.

La mécanique des milieux poreux, adaptée aux milieux réactifs [Coussy, 1995] va nous permettre d'intégrer les connaissances acquises à l'échelle microscopique directement dans un modèle à l'échelle macroscopique. Le comportement du matériau pourra être décrit par les variables d'état usuelles auxquelles s'ajoutera une variable représentant l'avancement de la réaction. Cette démarche s'inscrit dans la lignée des travaux d'Olivier Coussy.

Le but de ce chapitre est de montrer comment la mécanique des milieux poreux, adaptée au cas des matériaux réactifs, peut être utilisée pour modéliser le comportement macroscopique de bétons atteints d'alcali-réaction, de faire un bilan des connaissances nécessaires pour fonder les hypothèses de la modélisation sur des bases solides et d'en déduire les études expérimentales à entreprendre pour avancer vers cet objectif. Avant cela, nous présenterons succinctement les méthodes de modélisation mises en oeuvre par d'autres auteurs.

A. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans la littérature, les articles sur la modélisation des effets macroscopiques de l'alcali-réaction sont récents et peu nombreux. Certains ont des champs d'application bien définis et assez restrictifs (limitation aux granulats contenant de l'opale directement accessible par les ions hydroxydes [Hoobs, 1981]). Certains détaillent les principes sur lesquels leur semble devoir reposer une modélisation mais concluent que, devant le manque d'informations, la modélisation est actuellement impossible. Ainsi, Clark a buté sur la relation entre le gonflement libre et le gonflement sous contrainte, l'influence des armatures et des contraintes extérieures [Clark, 1991].

Pour modéliser les effets macroscopiques de l'alcali-réaction, des chargements thermiques fictifs sont souvent utilisés pour simuler le gonflement. Ceci permet de retrouver par ajustement les déformations mesurées sur ouvrage, mais les mécanismes de dégradation par l'alcali-réaction ne sont pas les mêmes que ceux provoqués par une dilatation d'origine thermique. En particulier, la forte anisotropie des déformations dues à l'alcali-réaction nécessite l'utilisation de champ de température non uniforme et / ou de coefficients de dilatation thermique orthotropes [Léger et al. 1995]. Par ailleurs, l'approche en elle-même vise plus le diagnostic que la prévision, même si, une fois trouvé un champ de température fictif permettant de décrire les déformations mesurées pendant une période de temps suffisamment longue, on peut envisager d'extrapoler les résultats dans le futur [Léger et al. 1996].

Une autre approche consiste à modéliser une structure par éléments finis, en représentant le béton et ses armatures, et en injectant par incréments les déformations mesurées sur ouvrages comme des déplacements imposés de la couche superficielle de la structure (10 cm d'épaisseur), déplacements gênés par le béton interne [Diab & Prin. 1992]. Cette analyse est tout à fait contraire au phénomène réel le plus souvent évoqué pour expliquer la fissuration superficielle, à savoir le gonflement du coeur de la structure, empêché par la peau qui, tour à tour lessivée par la pluie et asséchée par le soleil, gonfle moins que le coeur.

Une approche moins rudimentaire est basée sur une relation expérimentale entre le gonflement et la contrainte, traduisant le fait que, lorsque le béton est soumis à une compression, son gonflement dû à l'alcali-réaction diminue. Ceci est parfaitement exact dans la direction de la compression mais la relation proposée ne tient pas compte des modifications de déformations transversales du matériau. Cette relation entre contrainte et déformation est considérée, dans un premier temps, linéaire, puis le modèle est affiné en tenant compte de la non-linéarité. Le principe de la modélisation consiste à appliquer des incréments de gonflements, à calculer les contraintes qu'ils engendrent et à modifier, par itération, le gonflement introduit pour tenir compte de l'effet restrictif de la contrainte [May et al. 1992]. Cette approche permet par exemple de retrouver le gradient de déformation d'une poutre en béton armé dont la majorité des armatures est située en zone tendue. Elle a été perfectionnée pour tenir compte de l'évolution des propriétés mécaniques du béton au fur et à mesure de sa détérioration [May et al. 1996], [Wen & Balendran. 1996].

Une autre approche est proposée par Nielsen [Nielsen. 1993]. Elle consiste à considérer le béton comme un assemblage de cellules sphériques, composées d'un granulats central, entouré d'une première couche de pâte de ciment fissurée et d'une seconde, non fissurée. Le granulats, dans lequel pénètrent des ions hydroxydes, des ions alcalins et de l'eau (mécanisme proposé par Chatterji) gonfle et augmente les contraintes de traction à l'intérieur des couches de pâte de ciment. Le gonflement est lié à la migration de l'eau à l'intérieur du béton. Le transport de l'eau sous forme liquide est supposé régi par la loi de Darcy, sous forme gazeuse par la loi de Fick.

Selon l'auteur, la période "d'initiation" (avant le démarrage du gonflement) est liée au temps nécessaire à la diffusion de l'eau, de même que l'augmentation ultérieure de la contrainte, qui est proportionnelle au carré de la dimension caractéristique de la structure.

D'autres auteurs ont fondé leurs travaux sur cette même idée de sites réactifs sphériques, répartis dans le béton, et produisant localement des gonflements. Pour Furusawa, Ohga et Uomoto, l'étape limitante de l'alcali-réaction est la diffusion des ions hydroxyles et alcalins à l'intérieur des granulats. Comme dans la modélisation précédente, cette pénétration engendre une augmentation de volume du granulat. Les produits de réaction commencent par remplir la zone poreuse entourant le granulat puis leur présence entraîne un gonflement du béton. Ces auteurs expliquent ainsi l'existence d'un "temps de latence", avant le démarrage du gonflement. Ils montrent que le coefficient de diffusion intervenant dans la cinétique de la réaction limitante obéit à la loi d'Arrhenius. Ils mettent en évidence l'influence de la proportion de granulats réactifs dans le béton (en retrouvant l'existence d'un "pessimum content"), ainsi que l'influence de la taille des granulats réactifs (gonflement maximum pour des granulats d'environ 600 micromètres) [Furusawa et al. 1994].

Sellier rajoute à la notion de sites réactifs le caractère aléatoire de leur taille et de leur répartition, ainsi qu'un aléa sur la distribution porosimétrique du béton, gouvernant la libre formation des produits de réaction ou, au contraire, l'apparition de contraintes internes [Sellier. 1995]. L'ensemble de la modélisation est en fait semi-probabiliste. C'est une combinaison de phénomènes déterministes (stoechiométrie des réactions chimiques, quantité d'eau absorbée par les gels, mécanique linéaire de la rupture...) et de phénomènes aléatoires locaux (diffusion des ions alcalins, répartition de la porosité...). Un tel modèle repose sur de nombreuses hypothèses concernant les mécanismes réactionnels. En particulier, il part du principe que le gel une fois formé va absorber une quantité d'eau comprise entre 200 et 400% de son poids [Sellier & al. 1996].

Capra, Bournazel & Moranville-Regourd proposent également une modélisation prenant en compte l'influence de la réactivité des granulats, la température, l'humidité et la contrainte sur le gonflement dû à l'alcali-réaction. Leur analyse conduit à une prédiction du gonflement sous contrainte qui n'est pas conforme à nos résultats expérimentaux [Capra et al. 1996]. Par contre, elle met bien en évidence le rôle de l'humidité relative interne du béton, comme une variable intervenant directement sur le gonflement dû à l'alcali-réaction. L'étude sur l'influence des contraintes a été poursuivie dans le cadre de la thèse de B. Capra. Nous y reviendrons dans le chapitre consacré au rôle des contraintes.

Les différentes approches de l'alcali-réaction que nous venons de présenter peuvent se regrouper en deux familles. La première comprend des modélisations fines des processus intervenant dans l'alcali-réaction. Elle débouche sur des modèles complexes, difficiles à mettre en oeuvre pour des calculs de structure. La seconde privilégie au contraire la simplicité, au risque de dénaturer le phénomène, pour résoudre des problèmes de terrain.

Notre approche se situe à mi-chemin entre ces deux partis pris. Nous situons l'enjeu de la modélisation à l'échelle des structures de génie civil (ponts, barrages...), à savoir l'évaluation de l'ordre de grandeur de la vitesse d'évolution d'un ouvrage atteint d'alcali-réaction et une estimation de son état à long terme. Pour cette évaluation, il est nécessaire de disposer d'un modèle, simple mais non réducteur, décrivant le comportement du matériau. Nous allons maintenant décrire cette approche plus en détail. Elle a déjà été exposée lors du dixième Congrès sur l'alcali-réaction dans le béton [Larive & Coussy. 1996].

B. PRINCIPE GÉNÉRAL DE LA MODÉLISATION

I. Définition du système

Le système (S) représentatif du matériau béton est à une échelle intermédiaire entre celle des structures du génie civil et celle de la microstructure : c'est typiquement une éprouvette de laboratoire.

Ce système est considéré comme la superposition de deux milieux continus en interaction : le squelette déformable et la solution interstitielle. Le gonflement mesuré est celui du squelette.

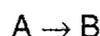
II. Réactions chimiques dans un milieu déformable

L'alcali-réaction est un ensemble de réactions chimiques entre des réactifs provenant de la solution interstitielle (les alcalins et l'eau) et d'autres, qui ne font que passer en solution, prélevés directement sur la matrice et renouvelés au fur et à mesure de leur consommation (la silice et le calcium). La phase aqueuse constitue le milieu réactionnel et le véhicule des différents éléments. La localisation des produits formés est à l'origine des gonflements consécutifs à l'alcali-réaction.

Nous traiterons tout d'abord le cas général dans lequel le système est ouvert par rapport aux réactants et aux produits de la réaction, puis nous considérerons un système fermé.

1. Réactions en solution dans un système ouvert

Au sein de la solution interstitielle du système (S), peut se produire une réaction chimique que nous écrirons symboliquement :



où A désigne le groupe des réactants et B le groupe des produits de la réaction.

Considérons tout d'abord le cas général où le système est ouvert par rapport à A et B. La variation de masse de ce système est due à la variation de la masse de A et de B par unité de volume macroscopique $d\Omega$, masses que l'on notera m_A et m_B . La conservation de la masse s'écrit :

$$\frac{dm_A}{dt} = \overset{\circ}{M}_A - \overset{\circ}{m}_{A \rightarrow B} \qquad \frac{dm_B}{dt} = \overset{\circ}{M}_B + \overset{\circ}{m}_{A \rightarrow B} \qquad (\text{II. 1})$$

où $\overset{\circ}{M}_i$ représente le taux d'apport d'extérieur de masse de i ¹, $\overset{\circ}{m}_{A \rightarrow B}$ est le taux de formation de B, suite à la transformation de A en B. $\overset{\circ}{m}_{A \rightarrow B} d\Omega dt$ est donc la masse de A contenue dans le volume $d\Omega$ qui se transforme en B pendant l'intervalle de temps dt .

¹ Dans une représentation continue, on aura :

$$\overset{\circ}{M}_A = -\text{div } w_A$$

où w_A est le vecteur flux relatif de masse de A.

L'application des deux principes de la thermodynamique permet d'établir la positivité de la puissance dissipée Φ (inégalité de Clausius-Duhem) :

$$\Phi = \underline{\underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}} + g_{mA} \dot{m}_A + g_{mB} \dot{m}_B - \dot{\Psi}_1 - s \dot{T} + \left(g_{mA} - g_{mB} \right) \dot{m}_{A \rightarrow B} \geq 0 \quad (\text{II. 2})$$

où : $\underline{\underline{\underline{\sigma}}}$ représente le tenseur des contraintes appliquées à (S),

$\underline{\underline{\underline{\epsilon}}}$ est le tenseur des déformations du squelette,

la notation " : " désigne le produit contracté de deux tenseurs,

la notation \dot{x} désigne la dérivée par rapport au temps de x,

Ψ_1 et s sont respectivement l'énergie libre et l'entropie volumiques de (S),

T est la température du système (S),

g_{mA} et g_{mB} désignent les enthalpies libres massiques de A et B.

La dissipation Φ se décompose en deux termes, que l'on suppose généralement indépendamment positifs :

$$\Phi = \Phi_1 + \Phi_{A \rightarrow B} \quad (\text{II. 3})$$

$$\text{avec } \Phi_1 = \underline{\underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}} + g_{mA} \dot{m}_A + g_{mB} \dot{m}_B - \dot{\Psi}_1 - s \dot{T} \quad (\text{II. 4})$$

qui représente la dissipation intrinsèque, liée aux évolutions irréversibles du squelette (par exemple, la fissuration),

$$\text{et } \Phi_{A \rightarrow B} = \left(g_{mA} - g_{mB} \right) \dot{m}_{A \rightarrow B} \quad (\text{II. 5})$$

qui correspond à la dissipation due à la réaction chimique.

Ψ_1 a pour argument les variables d'état décrivant entièrement le système à tout instant. Dans une première approche, pour évaluer les couplages entre la chimie et la mécanique, on peut supposer le comportement élastique. Alors

$$\Phi_1 = 0$$

$$\text{et les variables d'état sont } \underline{\underline{\underline{\epsilon}}}, T, m_A \text{ et } m_B : \quad \Psi_1 = \Psi_1(\underline{\underline{\underline{\epsilon}}}, T, m_A, m_B) \quad (\text{II. 6})$$

Si on voulait prendre en compte l'influence spécifique de la fissuration, on pourrait introduire ici des variables internes supplémentaires.

En utilisant les relations (II. 4) et (II. 6) et en annulant la dissipation intrinsèque (élasticité), on obtient les équations d'état du système :

$$\underline{\underline{\underline{\sigma}}} = \frac{\partial \Psi_1}{\partial \underline{\underline{\underline{\epsilon}}}} \quad g_{mA} = \frac{\partial \Psi_1}{\partial m_A} \quad g_{mB} = \frac{\partial \Psi_1}{\partial m_B} \quad s = -\frac{\partial \Psi_1}{\partial T} \quad (\text{II. 7})$$

Dans cette hypothèse d'élasticité, la seule source de dissipation est la réaction chimique. Son expression est donnée par la relation (II. 5) que l'on peut écrire sous la forme :

$$\Phi = \Phi_{A \rightarrow B} = (g_A - g_B) \dot{\xi} = \mathcal{A} \dot{\xi} \geq 0 \quad (\text{II. 8})$$

en introduisant $\dot{\xi}$, vitesse de la réaction telle que :

$$\dot{m}_{A \rightarrow B} = M_A \dot{\xi} = M_B \dot{\xi} \quad (\text{II. 9})$$

avec M_A et M_B désignant respectivement les masses molaires de A et B² et en posant

$$\mathcal{A} = g_A - g_B \quad (\text{II. 10})$$

\mathcal{A} est la différence entre l'enthalpie libre molaire des constituants initiaux (g_A) et celle des constituants finaux (g_B) contenus dans un volume unité, soit, par définition, l'affinité de la réaction $A \rightarrow B$.

La relation (II. 8) permet d'identifier \mathcal{A} comme la force thermodynamique associée à la vitesse d'avancement de la réaction. Elle montre l'intérêt de formuler la cinétique de la réaction chimique comme une relation entre l'affinité et cette vitesse d'avancement. Cette relation constitue l'équation complémentaire gouvernant la cinétique de la réaction et permettant de caractériser complètement le comportement du matériau à l'échelle macroscopique. En première approche, on peut proposer une relation linéaire :

$$\mathcal{A} = k_d \dot{\xi} \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (\text{II. 11})$$

où k_d est un coefficient positif prenant en compte la diffusion des constituants intervenant dans la réaction ; E_a est l'énergie d'activation de la réaction, traduisant l'influence de la température sur la vitesse de réaction ; R est la constante des gaz parfaits. Cette approximation devient exacte dans le cas d'une réaction contrôlée par la diffusion [Atkins. 1978].

2. Réactions en solution dans un système fermé

S'il n'y a pas d'apport extérieur possible de A et B ($\dot{M}_i = 0$ pour $i = A, B$ dans les relations (II. 1)), les seules variations de masse de A et B proviennent de la transformation $A \rightarrow B$ et on a la relation :

² Dans cet exemple très simple $M_A = M_B$. Dans le cadre plus général d'une réaction telle que $\nu_A A \rightarrow \nu_B B$, on a $\nu_A M_A \dot{\xi} = \nu_B M_B \dot{\xi} = \dot{m}_{A \rightarrow B}$ (conservation de la masse) et on montre que la dissipation, dans l'hypothèse d'élasticité, est :

$$\Phi = \Phi_{el} = (g_{mA} - g_{mB}) \dot{m}_{A \rightarrow B} = (g_{mA} \nu_A M_A - g_{mB} \nu_B M_B) \dot{\xi} = (\nu_A g_A - \nu_B g_B) \dot{\xi} = \mathcal{A} \dot{\xi}$$

avec $M_A g_{mA} = g_A$ et $M_B g_{mB} = g_B$, enthalpies molaires de A et B respectivement

$$\mathcal{A} = (\nu_A g_A - \nu_B g_B), \text{ affinité de la réaction } \nu_A A \rightarrow \nu_B B.$$

$$\dot{m}_{A \rightarrow B} = \dot{m}_B = -\dot{m}_A = M \dot{\xi} \quad (\text{II. 12})$$

où M est une masse normalisante qui dans le cas très simple de la réaction $A \rightarrow B$ est égale à la masse molaire de A , et également à celle de B .

La relation (II. 12) montre que la vitesse d'avancement de la réaction est alors une dérivée par rapport au temps et que l'avancement est une variable interne. Les variables d'état décrivant le système (S) sont donc $\underline{\underline{\xi}}$, T et ξ . L'inégalité de Clausius-Duhem s'écrit :

$$\Phi = \underline{\underline{\sigma}} : \dot{\underline{\underline{\xi}}} - s \dot{T} - \Psi \geq 0 \quad (\text{II. 13})$$

avec $\Psi = \Psi(\underline{\underline{\xi}}, T, \xi) = \Psi(\underline{\underline{\xi}}, T, m_A = -M \xi, m_B = M \xi)$

$$\text{Les équations d'état sont : } \underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\xi}}} \quad s = -\frac{\partial \Psi}{\partial T} \quad F = -\frac{\partial \Psi}{\partial \xi} \quad (\text{II. 14})$$

où F désigne la force thermodynamique associée à la variable ξ . Par identification avec le cas du système ouvert, F est en fait l'affinité \mathcal{A} de la réaction et

$$\Phi = -\frac{\partial \Psi}{\partial \xi} \dot{\xi} = \mathcal{A} \dot{\xi} \quad (\text{II. 15})$$

La relation (II. 11) demeure, comme équation complémentaire reliant \mathcal{A} à $\dot{\xi}$, soit

$$\mathcal{A} = -\frac{\partial \Psi}{\partial \xi} = k_d \dot{\xi} \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (\text{II. 11bis})$$

Si besoin est, la fissuration peut intervenir comme paramètre dans le coefficient k_d puisqu'elle facilite la diffusion des produits. On peut aussi prendre en compte une non-linéarité en considérant que k_d est une fonction de l'avancement ($k_d = k_d(\xi)$).

3. Dissolution de la matrice

Les deux paragraphes précédents décrivent le comportement d'un système (ouvert puis fermé) dans lequel se produit une réaction chimique au sein de la solution interstitielle. Le cas où une partie du squelette passe en solution se traite de manière analogue : $M \dot{\xi}$ représente alors la masse de la matrice, $M \dot{\xi}$ la masse de cette matrice passant en solution par unité de temps, $-\frac{\partial \Psi}{\partial \xi}$ s'identifie à l'affinité de la réaction de dissolution, c'est-à-dire la différence de potentiel chimique entre la phase solide de la matrice et sa phase dissoute.

4. Gonflement dû à une réaction chimique

Nous avons montré comment une réaction chimique peut être intégrée directement dans une modélisation macroscopique. Nous allons maintenant montrer comment le gonflement du matériau peut être prédit par un tel modèle, en traitant l'exemple d'un système fermé par rapport aux constituants de la réaction chimique.

Limitons-nous à des transformations isothermes à température T_0 et appliquons à (S) une pression uniforme. Nous désignerons par \mathcal{E} la trace du tenseur des déformations ($\mathcal{E} = \text{tr}(\underline{\underline{\mathcal{E}}})$). Les équations d'état du système sont données par la relation (II. 14). En supposant le matériau isotrope, on peut proposer comme expression la plus simple de l'énergie libre une forme quadratique :

$$\Psi_2(\mathcal{E}, T_0, \xi) = \Psi_3(\mathcal{E}, \xi) = \frac{1}{2} K \mathcal{E}^2 - \alpha K \mathcal{E} \xi - \mathcal{A}_0 \xi + \frac{1}{2} L \xi^2 \quad (\text{II. 16})$$

L'expression précédente correspond à un état de référence naturel ($\underline{\underline{\sigma}}_0 = 0$). K , α et L sont des caractéristiques intrinsèques du matériau et \mathcal{A}_0 une condition initiale. La signification physique de ces paramètres sera explicitée a posteriori.

Les équations d'état (II. 12) s'écrivent alors :

$$\underline{\underline{\sigma}} = K(\mathcal{E} - \alpha \xi) \quad \text{et} \quad \mathcal{A} = \mathcal{A}_0 + \alpha K \mathcal{E} - L \xi \quad (\text{II. 17})$$

où $\underline{\underline{\sigma}} = \frac{\text{tr} \underline{\underline{\sigma}}}{3}$ est la contrainte moyenne. \mathcal{A}_0 apparaît dans cette seconde équation comme l'affinité initiale, c'est-à-dire le déséquilibre initial entre l'enthalpie libre volumique des réactifs et celle des produits de la réaction.

Les équations d'état (II. 17) mettent en évidence le couplage possible entre la chimie et la mécanique :

- Supposons par exemple qu'à l'instant initial on applique instantanément au système une contrainte $\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\Sigma}}$.
- Juste après application de la charge, l'avancement de la réaction est encore nul car si la réaction chimique était instantanée, $\dot{\xi}$ serait infini (ξ discontinu), ce qui est impossible d'après (II. 11) et (II. 17).
- Par contre on a une déformation instantanée, $\mathcal{E} = \frac{\underline{\underline{\Sigma}}}{K}$, qui est la réponse mécanique du système à la sollicitation échelon.
- (II. 17) montre que l'affinité initiale de la réaction est alors modifiée. Le cours de la réaction chimique serait ainsi influencé par les sollicitations mécaniques imposées au système.
- Tout dépend de l'ordre de grandeur des différents termes. Si $\alpha K \mathcal{E}$ est petit devant \mathcal{A}_0 , cette influence sera négligeable.

En utilisant les relations (II. 11) et (II. 17), on obtient :

$$\mathcal{A}_0 + \alpha K \mathcal{E} - L \xi = k_d \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \dot{\xi} \quad (\text{II. 18})$$

La première équation de (II. 17) peut s'écrire :

$$\mathcal{E} = \frac{\underline{\underline{\sigma}}}{K} + \alpha \xi \quad (\text{II. 19})$$

ce qui permet d'identifier K comme un module d'élasticité et

$$\varepsilon_{ch} = \alpha \xi \quad (II. 20)$$

comme une déformation d'origine chimique, directement proportionnelle à l'avancement de la réaction. Le coefficient de proportionnalité α peut donc être considéré comme un coefficient de dilatation chimique.

Les équations d'état s'écrivent alors sous la forme :

$$\sigma = K(\varepsilon - \varepsilon_{ch}) \quad \frac{A}{\alpha} = \left(\sigma + \frac{A_0}{\alpha} \right) - \kappa \varepsilon_{ch} = \eta \dot{\varepsilon}_{ch} \quad (II. 21)$$

$$\text{avec } \kappa = \frac{L}{\alpha^2} - K \quad \text{et} \quad \eta = \frac{k_d}{\alpha^2} \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (II. 22)$$

Les équations d'état (II. 21) sont linéaires par rapport à la déformation et la contrainte. On retrouve dans la seconde le couplage entre la chimie et la mécanique.

Si σ est négligeable devant $\frac{A_0}{\alpha}$, les deux équations sont découplées, donc la mécanique n'influe pas sur la chimie.

η est le coefficient de "viscosité" gouvernant la cinétique. Si η et σ sont constants, on obtient l'expression suivante des déformations en fonction du temps :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{K} + \varepsilon_{\infty} \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right) \quad \text{où} \quad \varepsilon_{\infty} = \frac{\sigma}{K} + \frac{A_0}{\alpha K} \quad \text{et} \quad \tau = \frac{\eta}{K} \quad (II. 23).$$

L'allure de la courbe représentative du gonflement libre en fonction du temps, dans le cas de cet exemple, est tracée sur la figure II. 1.

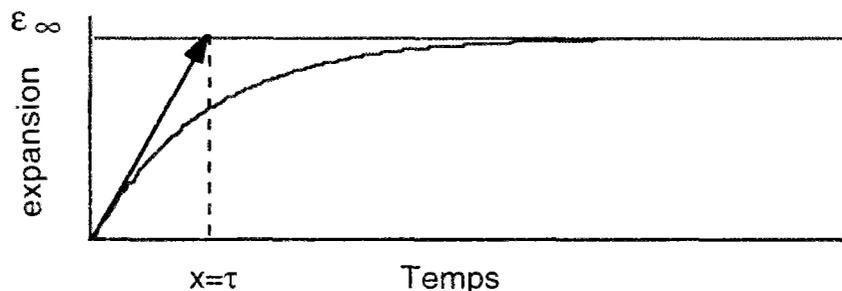


Fig. II. 1: Allure des courbes de gonflement obtenues avec le modèle simplifié

Malgré les différentes hypothèses très simplificatrices, sa forme est en bon accord avec les courbes expérimentales obtenues sur des barres de mortier ou des prismes de béton [Pleau et al. 1989], [Shayan & Ivanusec. 1989], [Bollote. 1992], [Wang & Gillott. 1992], [Rigden et al. 1995], [Larive et al. 1996] et beaucoup d'autres.

Sur d'autres types d'éprouvettes, nous verrons que l'on retrouve également l'allure de cette courbe, mais seulement à partir d'un certain stade. En fait le démarrage n'est généralement pas aussi linéaire (temps de latence avant l'accélération des gonflements), mais il est important de remarquer qu'au moins la dernière partie des courbes de gonflement peut être décrite par deux paramètres seulement : le temps caractéristique τ et le gonflement asymptotique ε_{∞} .

Nous nous attacherons ultérieurement à la détermination de ces paramètres dans différentes conditions expérimentales. Nous pourrons les comparer aux

observations sur ouvrages réels. Ils permettront également de faire le lien entre les expériences sur béton et les expériences "in vitro".

C. BILAN DES DONNÉES NÉCESSAIRES À L'APPROFONDISSEMENT DE LA MODÉLISATION, CONCEPTION D'UN PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Le développement précédent est volontairement appliqué à une réaction symbolique $A \rightarrow B$. Il nous faut bien sûr l'adapter au cas particulier de l'alcali-réaction. Notre objectif est de garder le maximum d'hypothèses simplificatrices, de manière à disposer d'un modèle aussi dépouillé que possible, en vue des applications sur ouvrages, mais reflétant la réalité du phénomène.

Dans les paragraphes suivants, nous allons dresser la liste des points à étudier pour appliquer le cadre général précédent au problème de l'alcali-réaction. Nous exposerons simultanément la démarche expérimentale entreprise pour apporter des réponses à ces différentes questions.

I. Identification de l'étape limitante

L'alcali-réaction est un processus physicochimique complexe, qui comporte de nombreuses étapes. L'identification des réactifs et des produits, symbolisés ci-dessus par A et B, n'est pas immédiate. Il convient de savoir si l'une des étapes du processus impose sa cinétique à l'ensemble et, si oui, laquelle. Pour répondre à ces questions très éloignées de notre domaine de compétence, outre l'étude approfondie de la bibliographie, nous avons suivi deux pistes principales.

1. Étude in vitro de l'alcali-réaction

Nous avons lancé une collaboration avec l'Université Paris-Sud. L'objectif et la démarche expérimentale de cette collaboration ont été présentés dans le chapitre I paragraphe C. Il page 33.

2. Étude in vitro de la solubilisation de la silice en milieu alcalin

Parallèlement à l'étude précédente, suite à l'analyse bibliographique des mécanismes réactionnels, la solubilisation de la silice est apparue comme une étape essentielle du processus. Nous avons donc entrepris, avec le Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées de Strasbourg³, d'isoler cette étape réactionnelle par des essais "in vitro" de solubilisation en milieu purement alcalin.

L'intérêt de cette étude consiste à travailler sur les mêmes granulats que ceux utilisés dans nos bétons, afin de déterminer :

- les temps caractéristiques de solubilisation de la silice dans un milieu alcalin de concentration équivalente à celle de la solution interstitielle de ces bétons,
- l'effet de la température sur cette solubilisation.

Ces essais, définis en collaboration avec G. Loos, consistent à immerger des granulats dans une solution alcaline et à suivre la cinétique de solubilisation de la silice réactive qu'ils contiennent.

3 G. Loos (Service Chimie)

II. Quantification de l'avancement de la réaction

La détermination de l'avancement de la réaction au sein du béton est un moyen de quantifier directement l'une des variables du modèle. Cela est bien sûr très important pour l'identification expérimentale des différents paramètres introduits. Il existe très peu de méthodes permettant cette quantification.

Une première voie réside dans l'extraction et l'analyse de la solution interstitielle. Jusqu'à présent, cette méthode a rarement été appliquée à des bétons. De plus, pour une valeur de E/C voisine de 0,5, il serait très difficile d'extraire une quantité suffisante de solution au-delà d'une échéance d'environ trois mois et, vu la reproductibilité de ce type d'essai, l'interprétation des résultats resterait très délicate [Guédon-Dubied. 1997]. Nous n'avons pas mis en oeuvre une telle méthode.

Nous avons exploré deux autres pistes, en collaboration avec les équipes compétentes : l'analyse minéralogique grâce au logiciel "MINÉRAUX"⁴, et l'analyse d'images après essai de fluorescence à l'acétate d'uranyle⁵. De plus, nous avons systématiquement associé à ces méthodes des observations par microscopie électronique à balayage⁶.

Toutes ces techniques ont été appliquées à des éprouvettes, réactives et non réactives, de différents âges, conservées dans diverses conditions expérimentales.

1. Principe d'application de "MINÉRAUX"

Le but du logiciel "MINÉRAUX" est de reconstituer la composition minéralogique d'un matériau à partir de sa composition chimique, de l'identification, par diffraction des rayons X, des espèces minérales présentes, des analyses thermogravimétriques et thermiques différentielles [Deloye. 1976].

Une nouvelle version de ce logiciel permet d'évaluer la quantité de silice des granulats dissoute par l'alcali-réaction. Cette méthode a été testée avec succès sur de petites éprouvettes de mortier que nous avons coulées⁷ en utilisant des granulats siliceux de Brix. Les résultats ont été publiés au IXème congrès International sur la Réaction Alkali-Granulat dans le Béton, à Londres [Deloye, Divet. 1992].

On peut donc, **théoriquement**, quantifier l'avancement de l'alcali-réaction à l'intérieur d'un béton, encore faut-il s'assurer que la précision que l'on peut espérer est suffisante.

2. Analyse d'images après essais de fluorescence

L'essai de fluorescence, ou test à l'acétate d'uranyle, permet de mettre en évidence des produits d'alcali-réaction contenus dans un béton. Le principe de la méthode consiste à faire adsorber des ions uranyle sur ces produits, par échange cationique avec les ions alcalins (ou calcium) qu'ils contiennent. Sous une lumière ultraviolette appropriée, et après pulvérisation d'une solution d'acétate d'uranyle sur la surface à observer (cassure fraîche), les produits d'alcali-réaction apparaissent

4 Collaboration de F.X. Deloye (Service Physico-Chimie des Matériaux de Construction, LCPC) et N. Louarn (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC).

5 En collaboration avec J. S. Guédon-Dubied et F. Martineau (Section Géologie des Matériaux Naturels, LCPC)

6 Après une réflexion commune sur la méthode d'observations des éprouvettes, toutes les préparations et les observations ont été réalisées par N. Louarn.

7 Collaboration de N. Louarn et C. Larive (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC)

fluorescents, de couleur jaune-verte [Natesaiyer & Hover. 1988, 1989 a et b, 1991], [Guédon & Martineau. 1991, 1992].

Après photographie de la surface de béton, dans des conditions reproductibles, les images obtenues sont traitées par un logiciel d'analyse d'image qui permet de calculer automatiquement le pourcentage de surface fluorescente [Martineau et al. 1996].

L'objectif de l'étude est de voir si cette méthode peut fournir une indication quantitative significative et, si oui, de relier l'évolution de la formation de produits de réaction à celle des caractéristiques macroscopiques du matériau.

3. Observations par microscopie électronique à balayage

La méthode de travail retenue privilégie l'observation systématique d'un grand nombre d'échantillons, prélevés de manière reproductible, afin de pouvoir comparer non seulement la texture, la localisation et la composition (qualitative) des produits de réaction obtenus dans différentes conditions expérimentales, mais aussi, à titre indicatif, la fréquence d'apparition de ces différents produits.

III. Couplage entre la chimie et la mécanique

La contrainte agit-elle directement sur la réaction chimique ou une hypothèse de découplage est-elle fondée ? Pour répondre à cette question, suite à une étude bibliographique ne nous permettant pas de conclure, nous avons entrepris des essais de gonflement sous contrainte.

Ces essais consistent à imposer à des éprouvettes des contraintes mécaniques bien définies, maintenues constantes au cours du temps, et à suivre leurs déformations, sous une compression uniaxiale de valeur 5, 10 ou 20 MPa.

Ces essais ont été réalisés à 38°C, en atmosphère saturée d'humidité, dans des enceintes de conservation spécialement conçues pour abriter l'ensemble du dispositif. On soumet à ces contraintes des éprouvettes réactives et non réactives, de façon à distinguer les déformations dues au fluage de celles dues à l'alcali-réaction. Le choix adapté d'une formulation non réactive doit permettre d'assurer une réponse mécanique identique pour les deux types de béton (granulats de caractéristiques mécaniques très voisines ; même dosage en ciment, même dopage en potassium, même rapport E/C).

Après déchargement, certaines éprouvettes ont subi des tests de résistance en compression, d'autres ont été carottées pour observation au microscope électronique à balayage et analyse minéralogique, d'autres encore ont été placées en gonflement libre dans des enceintes de conservation identiques.

IV. Rôle de la température

L'effet de la température sur une réaction chimique est, le plus souvent, d'ordre purement cinétique, au moins dans une certaine gamme de variation de température. Pour l'alcali-réaction, suite à l'analyse bibliographique des mécanismes réactionnels, ce résultat ne peut être admis *a priori*. Nous avons donc réalisé des essais à différentes températures : 23°C, 38°C, et 60°C.

1. Essais à 38°C

La grande majorité des essais a été réalisée à cette température, de manière à accélérer la réaction en espérant ne pas en modifier la nature. De plus, c'est une température très fréquemment utilisée dans les essais normalisés, tant en France qu'à l'étranger.

2. Essais à 23°C

Il est intéressant de faire des essais à une température plus conforme à celle que connaissent les ouvrages en service. Nous avons choisi cette température de 23°C car elle est classique pour de nombreux essais de la littérature. Ces essais permettront de voir si :

- l'amplitude des déformations obtenues est la même qu'à 38°C,
- l'allure des courbes de gonflement est identique à ces deux températures,
- la température ne dénature pas le phénomène (par une étude microstructurale).

3. Essais à 60°C, en humidité saturée

L'étude des déformations des éprouvettes à une troisième température est indispensable pour vérifier si, à l'échelle macroscopique, l'effet accélérateur de la température peut se quantifier par une loi de type "Arrhenius".

Nous avons choisi une température de 60°C car c'est celle de l'essai de performance présenté dans les Recommandations pour la Prévention des Désordres dus à l'Alcali-Réaction.

V. Rôle de l'eau

Le développement de l'alcali-réaction peut-il être dommageable avec la seule eau de gâchage résiduelle ? En l'absence d'eau extérieure, la réaction est-elle arrêtée ou le gonflement est-il, seul, modifié ? Faut-il prendre en compte la diffusion de l'eau à l'échelle macroscopique ?

Aussi bien au niveau des mécanismes réactionnels qu'au niveau macroscopique, le rôle de l'eau n'apparaît pas clairement défini. Nous avons donc soumis des éprouvettes de différents formats à des conditions de conservation variées.

Pour faciliter la lecture de la suite de ce mémoire, nous utiliserons désormais des notations abrégées pour décrire les différents formats de nos éprouvettes. Nous désignerons par :

- | | |
|--------------------------|--|
| $\Phi 13H24$ | des cylindres de 13 cm de diamètre et de 24 centimètres de hauteur, |
| $\Phi 16H32$ | des cylindres de 16 cm de diamètre et de 32 centimètres de hauteur, |
| $14 \times 14 \times 14$ | des cubes 14 cm de côté, |
| $7 \times 7 \times 28$ | des parallélépipèdes à section carrée de 7 cm de côté et 28 cm de longueur. |
| $14 \times 14 \times 28$ | des parallélépipèdes à section carrée de 14 cm de côté et 28 cm de longueur. |

Les différentes conditions de conservation sont les suivantes :

1. En humidité saturée

Ces essais sont réalisés sur des cylindres $\Phi 13H24$ et $\Phi 16H32$, des prismes $7x7x28$ et $14x14x28$, ainsi que sur des cubes $14x14x14$, conservés dans des enceintes de conservation identiques à celles que nous avons fabriquées pour stocker les bâtis de fluage, ainsi que dans des réacteurs normalisés. Ces essais ont été conduits aux trois températures de 23, 38 et 60°C.

2. Sans apport d'eau extérieur

Nous avons supprimé les apports d'eau extérieurs en conservant des cylindres $\Phi 13H24$ sous un film plastique étirable recouvert de deux à cinq couches d'aluminium autocollant. Ces essais ont été effectués à 23 et 38°C.

3. En alternance

Nous avons alterné les conditions de stockage avec ou sans apports d'eau, à une température de 38°C :

Certains cylindres sont stockés six mois en humidité saturée, puis sans apports d'eau jusqu'à la fin de l'essai. Pour d'autres, le temps de conservation en atmosphère humide est de 3 mois seulement avant mise sous aluminium. D'autres encore restent six mois sous aluminium avant d'être placés en enceinte humide. Quelques éprouvettes ont subi d'autres "traitements" qui seront détaillés en temps voulu.

4. Dans l'eau liquide

Nous avons privilégié les apports d'eau sous forme vapeur, d'une part parce que cela permet de limiter au maximum le lessivage des alcalins, d'autre part parce que cela est plus représentatif des conditions auxquelles le matériau est soumis au coeur d'une pièce épaisse. Toutefois, il nous a paru intéressant de conserver certaines éprouvettes en immersion pour mieux cerner le rôle des apports extérieurs d'eau. Ces essais ont été réalisés à 33°C ⁸.

VI. Comportement mécanique du matériau

1. Isotropie

Une hypothèse simplificatrice, que nous avons formulée dans l'exemple de modélisation développé dans le chapitre I, consiste à considérer que le gonflement d'un béton atteint d'alcali-réaction est isotrope.

De nombreux essais normalisés nécessitent la mesure de l'allongement longitudinal des éprouvettes, aucun ne s'intéresse à leur expansion transversale. Les renseignements sur le caractère isotrope des déformations sont donc peu nombreux. Nous chercherons à vérifier le bien-fondé de cette hypothèse. La mesure des déformations transversales des cylindres $\Phi 13H24$ sera donc particulièrement intéressante, lors des essais sous contrainte uniaxiale, mais aussi en gonflement libre.

⁸ La température prévue était de 38°C, mais pour des raisons pratiques, les essais dans l'eau ont été réalisés à 33°C.

2. Caractéristiques mécaniques

L'une des premières conséquences de l'alcali-réaction est une fissuration du béton, en particulier des parements. La description fine de la fissuration n'est pas l'objectif recherché dans cette modélisation. Il convient néanmoins de vérifier que le comportement du matériau reste élastique linéaire dans un domaine suffisant. Nous nous sommes donc intéressés à l'allure des courbes contraintes - déformations, ainsi qu'aux propriétés d'usage du matériau, dont, selon la littérature, les valeurs sont considérablement diminuées.

Aux échéances de 2, 4, 6, 9, 12, 19 et 24 mois, des éprouvettes conservées en gonflement libre, à 38°C et en humidité saturée, ont été testées. Elles ont fait l'objet d'essais de fendage, ou de compression (mesure du module d'Young, du coefficient de Poisson et de la résistance en compression). Pour un certain nombre d'entre elles, la courbe contrainte - déformation a été enregistrée jusqu'à la rupture.

Nous avons travaillé sur des éprouvettes réactives et non réactives. En effet les conditions de conservation influencent les caractéristiques mécaniques de tout béton, sain ou réactif, et seule la comparaison entre ces deux familles de béton est intéressante. La seule différence entre les deux formulations que nous avons utilisées pour les essais mécaniques est la plus grande finesse du sable réactif par rapport au sable non réactif (voir Annexe 1 : MATÉRIAUX).

Le bilan des renseignements nécessaires à la poursuite de la modélisation a déterminé, d'une part, nos recherches bibliographiques, d'autre part, notre programme expérimental. Le chapitre III va maintenant présenter les moyens mis en place pour réaliser ce programme.

CHAPITRE III : MOYENS ET MÉTHODES D'ESSAIS

Après avoir exposé dans le chapitre précédent le principe des expérimentations engagées, nous présentons les matériaux sur lesquels elles seront réalisées, ainsi que les moyens d'essais mis en oeuvre.

A. RÉALISATION DES ÉPROUVETTES DE BÉTON

La plus grande partie des essais a été réalisée en parallèle sur une composition de béton "réactif" et une composition "témoin" de béton sain. Ce sont des bétons de type "ouvrages d'art", avec un dosage en ciment de 410 kg/m^3 et un rapport Eau/Ciment (E/C) de 0,48. D'autres compositions ont aussi été utilisées :

- pour donner une fourchette sur les paramètres de la modélisation,
- pour mieux interpréter les résultats obtenus sur les formulations principales.

I. Choix des granulats

Pour pouvoir comparer nos résultats aux autres publications et pour éviter tout problème d'hétérogénéité des matériaux, nous avons systématiquement utilisé des granulats provenant de stocks de granulats de référence, spécialement destinés à des essais comparatifs. Les calcaires du Tournaisis et du Boulonnais (sables et gravillons) proviennent du stock du LCPC. Les calcaires de Spratt (gravillons) nous ont été fournis par le Ministère de l'Équipement canadien. Tous les gravillons et les sables utilisés sont concassés. Des données plus détaillées sur ces matériaux sont regroupées en annexe 1 : MATÉRIAUX.

1. Calcaire du Tournaisis

Ces granulats sont particulièrement intéressants parce qu'ils ont été utilisés dans de nombreux ouvrages du Nord de la France qui présentent actuellement des désordres dus à l'alcali-réaction. Ce sont donc ceux que nous avons retenus pour la grande majorité de nos formulations "réactives".

Ce sont des calcaires dolomitiques¹ (environ 5% de dolomite) contenant un réseau diffus de silice, mais aussi d'argiles, représentant en moyenne entre 6 et 20% du poids total des granulats. Ce réseau se présente sous forme de veines amorphes de quelques micromètres de largeur, réparties dans la matrice calcaire. La fourniture du stock de référence n'est pas homogène. Elle comporte des granulats de couleur gris bleuté plus ou moins foncé. Les gravillons les plus sombres ont un réseau non calcaire plus développé et contiennent une quantité de pyrites plus importante. Ces pyrites sont le plus souvent framboïdales et regroupées en nids, alors que, toujours framboïdales, elles sont rares et dispersées dans les grains clairs.

La teneur en soufre total, exprimée en SO_3 , des gravillons que nous avons utilisés est de l'ordre de 1%, ce qui est exactement la valeur du seuil autorisé par la norme NF P 18-541. A priori, et ceci d'autant plus que toutes les pyrites sont loin d'être accessibles, le risque de voir des désordres dus à la réaction sulfatique se superposer à ceux dus à l'alcali-réaction est donc faible. Toutefois, nous serons particulièrement attentifs à cette éventualité dans l'étude de la microstructure de nos bétons. De plus, nous avons décidé de réaliser quelques essais avec un gravillon potentiellement réactif ne contenant pratiquement pas de pyrites : le calcaire de Spratt.

2. Calcaire de Spratt

Ce calcaire dolomitique (environ 8% de dolomite) a déjà été utilisé dans de nombreux laboratoires travaillant sur l'alcali-réaction. On retrouve des grains gris bleutés plus ou moins foncés. L'importance du réseau non calcaire est très variable au sein d'un même gravillon. Au total, ce réseau représente entre 6 à 15% de la masse des granulats, et en moyenne de l'ordre de 10%. Il est constitué de silice pratiquement pure, sous forme de veines de quelques micromètres de largeur formées de globules ou de petits cristaux. On trouve quelques rares grains de pyrites isolés. De larges zones de calcite pure sont constituées de cristaux automorphes, aux joints larges et vides.

3. Calcaire du Boulonnais

Pour pouvoir comparer le comportement de nos bétons atteints d'alcali-réaction et celui de bétons sains, nous avons confectionné des bétons de même formulation que les précédents mais en utilisant un sable et un gravillon calcaires non réactifs provenant des carrières du Boulonnais.

Nous avons choisi un gravillon non réactif ayant des caractéristiques mécaniques très proches de celles de nos gravillons réactifs de façon à pouvoir utiliser les éprouvettes non réactives comme témoin, non seulement pour les essais de gonflement libre, mais aussi pour les essais de déformation sous contrainte et pour les essais mécaniques.

¹ Les observations et les descriptions pétrographiques des granulats ont été faites avec J.S. Guédon-Dubied (Section Géologie et Matériaux naturels, LCPC).

Ce calcaire, de couleur blanc crème, est beaucoup plus pur que les calcaires du Tournaisis et de Spratt mais contient tout de même quelques impuretés siliceuses (de l'ordre de 1%) qui peuvent, localement, conduire à la formation de produits d'alcali-réaction.

4. Opale de Saint Pierre Eynac

Ce minéral est constitué essentiellement de silice, amorphe et extrêmement réactive (environ 92%). La carrière d'où provient la roche que nous avons concassée sous forme de granulats est située dans le Massif Central. Elle n'est plus exploitée actuellement. Ce matériau n'a été utilisé que pour certains essais in vitro.

II. Choix du ciment

Le ciment utilisé est un CPA 55 R de l'usine de Créchy (VICAT), particulièrement riche en alcalins, dont la composition chimique est par ailleurs classique, à l'exception de la teneur élevée en sulfate (7,6% de gypse). Sa teneur en Na_2O est de 0,22% ; en K_2O de 1,38% ; ce qui donne une valeur de $\text{Na}_2\text{O}_{\text{équivalent}}$ ($\text{Na}_2\text{O} + 0,658 \text{K}_2\text{O}$) de 1,13%. L'ensemble de la livraison a été homogénéisé en usine.

Le coulage des éprouvettes s'étalant sur une longue période (95 semaines), nous avons constitué dès le départ un stock de ciment suffisant pour toute la campagne d'essais, ceci afin de s'affranchir de toute variation de composition, inévitable en cas de réapprovisionnement.

Sur une telle durée, il était indispensable de prendre des précautions pour empêcher l'altération des qualités du ciment. Ce dernier a été conservé dans les sacs d'origine recouverts de deux sacs en plastique scellés. Les analyses chimiques et thermiques des différents sacs sont rassemblées dans l'annexe 1 : MATÉRIAUX, ainsi que des analyses de contrôle permettant de vérifier leur bonne conservation.

III. Choix des formulations

Nous avons décidé de n'utiliser aucun adjuvant de façon à éviter tout risque d'interaction chimique. Par contre, nous avons ajouté des pastilles de potasse à l'eau de gâchage pour obtenir 1,25% de $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$, valeur standard de la plupart des essais de gonflement. La potasse a été préférée à la soude, employée classiquement, parce que le potassium est l'alcalin nettement prédominant dans les ciments français.

Nous avons dopé à la potasse tous les bétons (réactifs et non réactifs), de façon à ce que leurs propriétés mécaniques soient comparables.

Nous avons privilégié l'égalité des dosages en eau d'un béton à l'autre, tout en sachant que la maniabilité de nos bétons serait légèrement différente car le sable du Tournaisis absorbe plus d'eau que le sable du Boulonnais. Nous obtenons un affaissement moyen au cône d'Abrams de 22 ± 4 mm pour les bétons contenant du sable du Tournaisis et de 38 ± 8 mm pour ceux contenant du sable du Boulonnais.

Ce choix repose sur le fait que les gravillons du Tournaisis et du Boulonnais ont des caractéristiques d'absorption identiques. En fait, le sable du Tournaisis, contenant plus d'éléments fins, retient davantage d'eau que le sable du Boulonnais, mais cette eau n'est pas piégée à l'intérieur, elle reste à la surface des éléments les plus fins. Au cours de la vie des éprouvettes, elle pourra être mobilisée pour participer aux différentes réactions chimiques (réactions d'hydratation et / ou alcali-réaction).

Pour tous nos bétons, suite à des impératifs géométriques imposés par les conditions expérimentales (éprouvettes de 13 cm de diamètre, extensomètres noyés au coeur de certaines éprouvettes), nous avons écriété la granulométrie des gravillons à 12,5 mm afin d'éviter tout problème d'effet de paroi.

1. dosage

Nous avons adopté le dosage en ciment des essais normalisés sur l'alcali-réaction (NF P 18-587). Ce dosage, 410 kg/m³, est du même ordre de grandeur que celui d'un béton d'ouvrage d'art classique.

Les densités du calcaire du Tournaisis, de Spratt et du Boulonnais étant égales (2,68), les poids de matériau sont identiques quelle que soit l'origine des granulats.

Les caractéristiques de la formulation de base de ces essais sont les suivantes :

- C = 410 kg/m³
- E/C = 0,48
- G/S = 1,5

où C désigne la masse de ciment par mètre cube de béton, E/C le rapport Eau/Ciment, G/S le rapport Gravillon/Sable. La composition du béton est donnée dans le tableau III. 1.

matériau	poids (kg/m ³)
ciment	410
gravillon (sec)	1050
sable (sec)	700
eau	196,8
potasse	1,1435

Tableau III. 1 : Composition de base des bétons utilisés

Nous avons également réalisé une formulation très voisine (repérée par le suffixe BIS), légèrement sous-dosée en ciment. La comparaison des résultats obtenus avec ces deux formulations permettra de quantifier les conséquences d'un éventuel sous-dosage sur chantier. La composition de la formulation "BIS" est la suivante :

matériau	poids (kg/m ³)
ciment	390
gravillon (sec)	1058
sable (sec)	705
eau	196,8
potasse	1,1435

Tableau III. 2 : Composition des bétons sous-dosés

L'influence de ce sous-dosage est présentée en annexe 5 : **RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES.**

Les éprouvettes ont été coulées en fonction de la disponibilité des emplacements de stockage et des possibilités de mesure. Pour améliorer la reproductibilité des coulages, nous avons systématiquement réalisé des gâchées de même volume. Ce volume a été fixé à 14 litres afin de limiter le temps écoulé entre le coulage de la première et de la dernière éprouvette, en particulier lors de la mise en place des capteurs noyés dans le béton.

2. Constituants

Nous avons confectionné des gâchées à partir des différents matériaux mentionnés ci-dessus. Les compositions que nous avons utilisées pour le plus grand nombre d'essais sont constituées soit de granulats (gravillons et sable) du Tournaisis, soit de granulats du Boulonnais. Pour évaluer la nocivité respective des sables et des gravillons nous avons également combiné le gravillon du Tournaisis avec le sable du Boulonnais et réciproquement car, dans un ouvrage, il se peut que seule une des tranches granulométriques soit réactive.

Le tableau suivant rassemble les différentes combinaisons et donne le code des formulations correspondantes :

code composition	sable	gravillon
TT	Tournaisis	Tournaisis
BB	Boulonnais	Boulonnais
TB	Tournaisis	Boulonnais
BT	Boulonnais	Tournaisis
BS	Boulonnais	Spratt

Tableau III. 3 : Code de composition des bétons utilisés

IV. Mode opératoire

Le mode opératoire de bétonnage a été le même pour les cinq formats d'éprouvettes : $\Phi 13H24$, $\Phi 16H32$, $7x7x28$, $14x14x28$ et $14x14x14$.

1. Malaxage

Avant chaque gâchée le malaxeur est lavé et humidifié. L'ordre d'introduction des constituants dans le malaxeur est le suivant :

- la moitié des gravillons,
- le sable,
- le ciment,
- l'autre moitié des gravillons.

Les matériaux sont malaxés à sec pendant 30 secondes, puis le mélange eau-potasse (réalisé juste avant le gâchage) est versé dans la cuve. La durée totale du malaxage est de 2 mn 30 s.

La mesure de l'affaissement au cône d'Abrams est alors réalisée (le cône étant simplement mouillé à l'éponge et non huilé). Le béton est ensuite malaxé de nouveau pendant 30 s pour homogénéiser l'ensemble.

Après ce malaxage, nous attendons 2 mn avant le coulage car la présence de potasse rend le béton initialement très raide (phénomène de fausse prise).

2. Mise en place du béton

Les éprouvettes sont coulées en continu dans les moules préalablement huilés. Elles sont vibrées sur une table vibrante. La fluidité du béton étant variable d'une éprouvette à l'autre, même sur des intervalles de temps courts (de l'ordre d'un quart d'heure), nous avons préféré nous fier à des observations visuelles pour obtenir une mise en place équivalente d'une éprouvette à l'autre plutôt que de standardiser un temps de vibration qui aurait conduit dans certains cas à une ségrégation et dans d'autres à une forte porosité du matériau. Pour chaque éprouvette, la durée de la vibration est chronométrée.

Pour certaines éprouvettes cylindriques, des capteurs à corde vibrante sont noyés dans le béton. L'installation des capteurs se fait la veille du coulage et ne modifie pas les opérations habituelles.

La salle de coulage n'est pas climatisée. La température moyenne est de 21,2°C, avec un écart-type de 2,4°C. L'hygrométrie est de $50 \pm 9\%$.

3. Cure

Après arasage et talochage, les éprouvettes sont couvertes et conservées 3 jours dans une enceinte climatique à 23°C, 98% d'humidité relative.

Elles sont ensuite démoulées une par une, numérotées et immédiatement emballées sous une double couche de film plastique étirable et de papier d'aluminium autocollant. Une fois ces opérations achevées, elles sont stockées pendant 11 jours dans une salle climatisée à 23°C.

Après ce total de 14 jours de mûrissement, les éprouvettes sont équipées de plots de mesure. Celles destinées à des essais en enceinte régulée à 38°C sont préchauffées pendant environ 18 heures. Pendant ce temps, celles destinées à des essais à 23°C, ainsi que celles testées en réacteurs normalisés, poursuivent leur cure sous plastique et aluminium à 23°C.

Toutes les éprouvettes sont pesées à chaque étape.

Remarque : les prismes 7x7x28 ont suivi le même parcours, qui n'est pas celui des essais normalisés NF P 18-587.

V. Planification des essais

Les dates des bétonnages ont été fixées de façon à ce que :

1. les éprouvettes aient une place dans les enceintes de conservation (120 places pour 300 éprouvettes)
2. les échéanciers de mesure puissent être respectés (mesures longues, dans des conditions pénibles (38°C), mesures initiales vérifiées le lendemain...)
3. les sorties d'éprouvettes puissent être assurées par les différents intervenants (pour le relevé de la fissuration, le carottage, le tranchage, le broyage, les analyses, le MEB, la fluorescence). Toutes ces opérations seront détaillées ultérieurement.

Une fois ces contraintes respectées, et en fonction du type d'essai auquel est destinée une éprouvette, toutes les opérations qu'elle doit subir sont planifiées. Un fichier rassemblant tous ces renseignements nous a permis d'automatiser la détermination du programme de travail de chaque semaine.

B. CONSERVATION DES ÉPROUVETTES

I. En gonflement sous contrainte

Les essais de gonflement sous contrainte sont réalisés dans des bâtis de fluage, conçus au LCPC il y a de nombreuses années [*Service matériel, 1976*]. Ces bâtis sont constitués par deux pièces métalliques carrées de 32 cm de côtés et 10 cm d'épaisseur, reliées par quatre tirants cylindriques de 5 cm de diamètre et de 1,5 m de hauteur (voir schéma suivant).

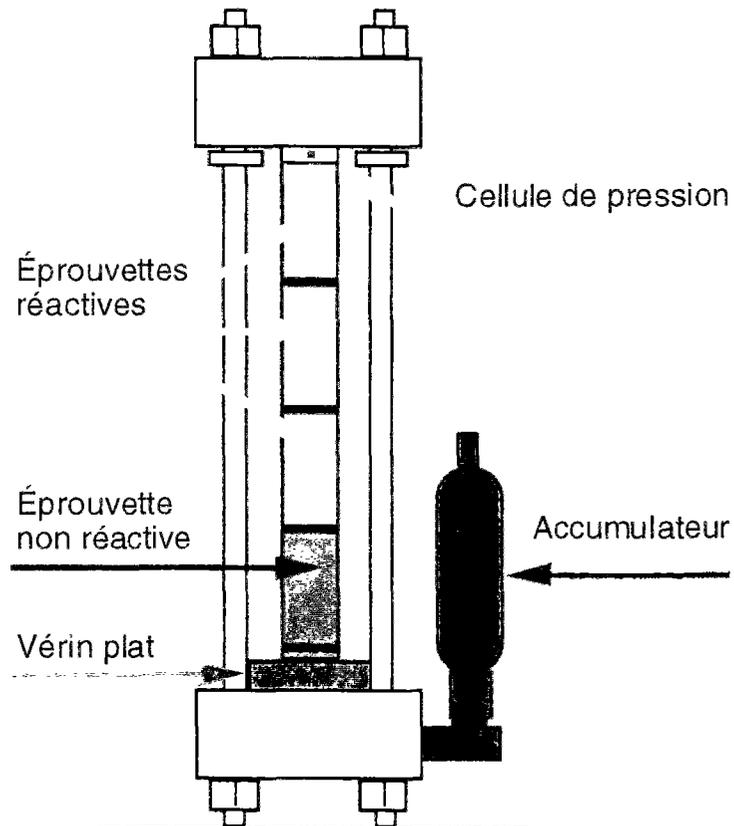


Fig. III. 1 : Schéma de principe des essais de gonflement sous contrainte constante

Sur la pièce inférieure est disposé un vérin hydraulique plat dont le piston est muni d'un bossage de 13 cm de diamètre sur lequel sont posées les éprouvettes, préalablement rectifiées. Il s'agit habituellement de cylindres de 1 m de hauteur et 16 cm de diamètre. Dans notre cas, des essais destructifs étant périodiquement prévus, nous avons superposé dans un même bâti quatre éprouvettes de 24 cm de hauteur et périodiquement, nous en retirons une et la remplaçons par une autre. De plus, afin de pouvoir mesurer les déformations transversales, nous avons limité leur diamètre à 13 cm et nous avons placé chacune d'entre elles sur une embase métallique de 1 cm d'épaisseur.

La contrainte est imposée par l'intermédiaire du vérin, relié à un accumulateur oléo-pneumatique qui permet de maintenir la charge constante malgré les déformations du béton. Pour obtenir une bonne précision sur l'effort appliqué, nous avons remplacé les vérins plats métalliques habituels par d'autres, dont la membrane est en caoutchouc souple. En partant d'une position initiale imposée par un système de calage, une pression d'huile donnée correspond toujours à la même contrainte dans les éprouvettes. La montée en charge est progressive, de façon à ajuster

précisément la valeur de la pression dans le vérin. La durée d'un chargement est approximativement de 3 mn. La reproductibilité des chargements est de $\pm 0,1\%$, après vérification de la valeur grâce à la cellule de pression intégrée dans la partie supérieure des bâtis, et ajustement éventuel.

Les bâtis de fluage sont stockés dans des enceintes humides, régulées à une température de 38°C . Ces enceintes ont été spécialement conçues en fonction de l'encombrement des bâtis. Elles ont également été utilisées pour conserver une grande partie des éprouvettes en gonflement libre. Ceci a permis, d'une part, de pouvoir comparer les essais de gonflement libre et sous contrainte, d'autre part, de ne pas être limité par les capacités de stockage des réacteurs normalisés habituellement utilisés pour les tests sur l'alcali-réaction. Ces enceintes sont décrites dans le paragraphe suivant.

I. En gonflement libre

1. Enceintes humides régulées en température

Nous avons réalisé dix enceintes cylindriques de 60 cm de diamètre et de 1,6 m de hauteur. L'intérieur est tapissé d'un tissu éponge. Un tuyau, percé de trous régulièrement répartis, alimente en eau la partie supérieure des enceintes. Cette eau coule ensuite le long du tissu qui s'imprègne uniformément. Le trop plein est évacué par un tuyau situé à une dizaine de centimètres au-dessus du niveau du fond de cuve. Le dispositif est représenté figure III. 2.

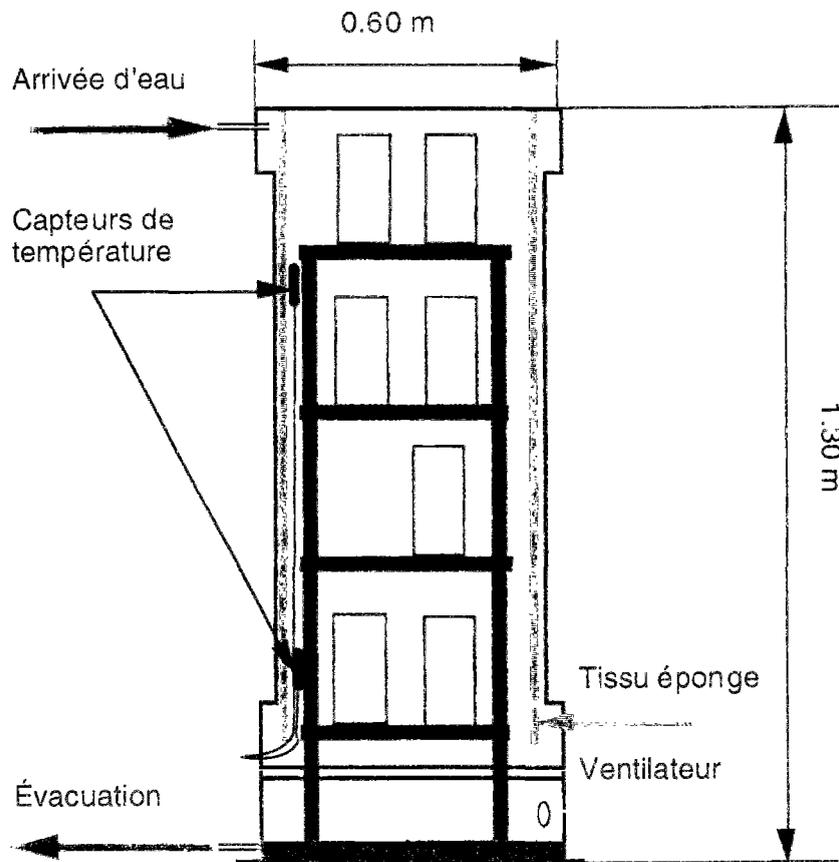


Fig. III 2 : Enceinte de conservation en humidité, à température régulée (23°C ou 38°C)

L'eau est préchauffée avant son entrée dans les enceintes de façon à ne pas les refroidir. La température de préchauffage est inférieure d'environ 0,5°C à la température de régulation, afin d'éviter au maximum la condensation sur les éprouvettes.

Malgré une climatisation de toute la salle d'essais à 38°C, les températures des différentes enceintes n'étaient pas exactement identiques entre elles, nous avons donc installé un ventilateur brassant l'air de l'ensemble de la pièce. Ceci n'étant pas encore suffisant, des cordons chauffants ont été placés dans chaque enceinte. Leur température est pilotée par ordinateur pour obtenir les 38°C souhaités. Le volume d'air de chaque enceinte est homogénéisé par un ventilateur, qui assure l'uniformité de la température et de l'humidité.

Des sondes de température (Pt 100) enregistrent en permanence les températures hautes et basses des enceintes. Cette dernière est régulée avec une précision de $\pm 0,3^\circ\text{C}$; l'hygrométrie relative est mesurée périodiquement avec un hygromètre à point de rosée. Elle varie entre 96 et 98%, sauf durant certaines périodes où l'arrivée d'eau était insuffisante (suite aux variations de pression du réseau de distribution de l'eau de la ville) et où l'hygrométrie est descendue aux environs de 90%.

2. Réacteurs normalisés

Par souci de comparaison entre les résultats obtenus dans les enceintes décrites précédemment et dans les réacteurs prévus pour la norme NF P 18-587, nous avons réalisé, en parallèle, des essais dans ces deux environnements.

La description du matériel normalisé est détaillée dans le texte de la norme. Nous rappellerons simplement qu'il s'agit d'une grande cuve dont le fond est rempli d'eau chauffée par des résistances. Au-dessus, sont placés des conteneurs plus petits, eux-mêmes remplis d'environ 5 cm d'eau, dans lesquels sont disposés les échantillons de béton. La taille des conteneurs est prévue pour stocker six prismes 7x7x28.

C. SUIVI DES ÉPROUVETTES

Le suivi d'une éprouvette consiste à mesurer ses caractéristiques dimensionnelles et à la peser, avant et après ces mesures.

Sauf cas particuliers détaillés ultérieurement, les éprouvettes conservées dans les réacteurs normalisés ont été mesurées suivant la norme NF P 18-587, avec un rétractomètre "Ville de Paris" ; les éprouvettes conservées en enceintes régulées ont toutes fait l'objet de la procédure suivante :

- elles sont pesées dès leur sortie de l'enceinte,
- elles sont ensuite mesurées longitudinalement avec un extensomètre à billes (Pfender),
- puis, pour certaines d'entre elles, transversalement, avec un "robot de mesures diamétrales",
- elles sont enfin pesées à nouveau et immédiatement rentrées dans leur enceinte.

La durée totale de sortie d'une éprouvette est d'environ 5 mn pour une mesure de longueur seule, 20 mn pour une mesure complète (longueur et diamètre). Cette durée peut s'allonger si la mesure pose un problème particulier. Les heures de sortie et de retour en enceinte sont systématiquement notées de manière à pouvoir vérifier si une anomalie dans les pesées est due à une sortie plus longue.

Nous nous sommes assurés que la mesure de longueur ne variait pas durant la vingtaine de minutes que dure une mesure complète : le béton se contracte légèrement à cause de l'évaporation de l'eau en surface et du refroidissement que cela entraîne mais cette déformation est totalement négligeable par rapport aux déformations dues à l'alcali-réaction (inférieure à la précision de nos mesures).

Les éprouvettes conservées en enceinte à 38°C sont préchauffées avant leur mesure initiale et toutes les mesures se font à 38°C. Pour les éprouvettes conservées en réacteur, au contraire, toutes les mesures sont faites à 20°C. Les moyens de mesure utilisés pour ces différentes éprouvettes ne sont pas les mêmes. Pour vérifier que ceci n'empêche pas la comparaison des résultats, nous avons mesuré les déformations de certains prismes 7x7x28 à la fois par extensométrie à billes et par rétractomètre. La comparaison des résultats est présentée en annexe 3 : MESURES DIMENSIONNELLES.

I. Mesures longitudinales

1. Mesures par extensomètre à billes

a. Description de la méthode

Le principe de cette mesure consiste à comparer la distance entre deux billes solidaires du béton à celle d'un étalon métallique conservé dans les mêmes conditions de température. Ces mesures sont effectuées périodiquement et permettent de suivre l'évolution de l'allongement entre les deux billes.

Au moment du coulage des cylindres $\Phi 13H24$, des réservations sont prévues sur trois génératrices disposées à 120°, à 7 cm des extrémités de l'éprouvette. Dans ces réservations, sont collés de petits plots (1 cm de diamètre et 3 mm d'épaisseur) au centre desquels est sertie une bille en acier inoxydable. Nous avons utilisé des plots également en acier inoxydable car les plots classiques, en aluminium, ne résistent pas au mode de conservation de nos éprouvettes et sont attaqués par la soude et la potasse que ces dernières contiennent. L'inconvénient de l'utilisation de l'inox réside dans sa dureté. Nous sertissons donc les billes, après perçage préalable du plot et avant son collage. Pour assurer le bon espacement initial des billes, nous contrôlons le positionnement des plots par une mesure effectuée durant le collage. Les réservations, bien ajustées au diamètre des plots, facilitent leur mise en place.

Le matériel utilisé est un extensomètre à billes PFENDER, distribué par Mohr & Federhaff. Lors d'une précédente étude sur la mesure directe de contrainte par libération [Abdunur. 1985], la résolution a été améliorée en remplaçant le comparateur mécanique par un capteur LVDT inductif de type GT21 (marque TESA). Compte tenu de l'amplification mécanique par un système de bras de levier, la résolution globale de l'appareil est de 0,2 micromètre, soit, pour notre base de 10 cm, de 2 $\mu\text{m}/\text{m}$.

Le conditionneur du capteur est un TESATRONIC TT20, relié à un ordinateur par une liaison série RS 232. L'étendue de mesure est de ± 200 micromètres.

L'acquisition a été automatisée² grâce à un logiciel spécialement conçu à cet effet. Ceci permet de mesurer une douzaine d'éprouvettes par heure. Au total, plus de 50 000 mesures ont été validées³, c'est-à-dire faites au moins trois fois de manière répétable.

Nous avons utilisé un appareil différent pour chaque température d'essais, afin qu'il soit toujours en équilibre thermique.

b. Précision de la mesure par extensomètre à billes

Nous avons déterminé la précision des mesures par extensométrie à billes, en distinguant les incertitudes sur l'étalonnage et celles dues à la reproductibilité des mesures, dans nos conditions expérimentales.

L'appareil ne présente aucune erreur de justesse, ni de linéarité, tant que la valeur indiquée par le capteur LVDT est située dans l'intervalle $[-1\ 000 ; +1\ 000\ \mu\text{m}]$, gamme à laquelle nous nous sommes limités.

Le calcul d'incertitude sur la mesure par Pfender est présenté en annexe 3 : MESURES DIMENSIONNELLES. L'**incertitude -type** est de $\pm 19,6\ \mu\text{m/m}$ pour la mesure d'une génératrice, et de $\pm 11,2\ \mu\text{m/m}$ pour le gonflement longitudinal **moyen**, obtenu à partir de trois génératrices. Ces valeurs sont des majorants de l'incertitude, valables dans les salles climatisées à 23°C et à 38°C.

La détermination des incertitudes des différentes techniques de mesure permettra de faire figurer sur les graphes de résultats une **incertitude élargie** (à $k=1,96$), correspondant à une probabilité égale à 95% d'encadrer la valeur vraie, dans l'hypothèse d'une distribution normale des valeurs.

Cette incertitude élargie sera de $22\ \mu\text{m/m}$ sur le gonflement longitudinal moyen, de $\pm 38\ \mu\text{m/m}$ sur le gonflement longitudinal d'une seule génératrice.

2. Mesures par rétractomètre

a. Description de la méthode

Un rétractomètre "Ville de Paris", répondant à la norme NF P 15-433, a été utilisé pour la mesure des éprouvettes conservées en réacteur normalisé. Ce rétractomètre est placé dans une salle climatisée à 20°C. Le principe de la mesure consiste à comparer la longueur des prismes, équipés de plots spéciaux noyés à leurs extrémités, à la longueur d'une barre étalon en invar.

b. Précision de la mesure par rétractomètre

L'incertitude-type a été évaluée par le constructeur à **20 $\mu\text{m/m}$** . L'incertitude élargie sera donc de $\pm 39\ \mu\text{m/m}$.

3. Mesures par cordes vibrantes

a. Description de la méthode

Afin d'avoir un suivi continu de l'évolution des éprouvettes et d'alléger au maximum les interventions manuelles, nous avons cherché à automatiser complètement le suivi des déformations, et donc testé différents appareils de

² Par M. Joly (Section Électronique, LCPC)

³ Par A. Laplaud (Laboratoire Régional de l'Ouest Parisien), D. Béconne, B. Lacaille, C. Larive, G. Renard (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC)

mesure⁴ : potentiomètres, capteurs à courant de Foucault, capteurs capacitifs, capteurs optiques (lasers ou infrarouges), etc. Tous résistent mal à un environnement saturé d'humidité tel que celui où est conservée la plus grande partie de nos éprouvettes. Les résultats sont alors faussés ou présentent une dérive incompatible avec la durée de nos essais et la précision recherchée.

Nous avons également testé des revêtements susceptibles d'isoler les capteurs de leur milieu environnant. Tous les essais réalisés, malgré les assurances des fournisseurs, se sont révélés infructueux. L'humidité réussit toujours à s'infiltrer et les dérives recommencent. Ces problèmes d'étanchéité, que l'on retrouve lorsqu'on cherche à empêcher la dessiccation d'une éprouvette, sont connus pour être très difficilement résolus [Guénot-Delahaie. 1996].

Après plus d'un an d'étude, les capteurs à cordes vibrantes sont finalement apparus comme les plus fiables dans ces conditions d'utilisation. Toutefois, afin d'éviter que le capteur ne s'oppose à la déformation du béton (effet "d'armature"), nous avons travaillé en collaboration avec la société N.S. TELEMAT qui a adapté un de ses modèles sans raideur à notre application. Ces capteurs ressemblent aux capteurs C110, plus traditionnels, mais s'en distinguent par le diamètre plus élevé de leur tube et surtout par la présence d'un soufflet en cuivre étamé à l'une de leurs extrémités. Ce soufflet est destiné à diminuer la raideur, tant en traction qu'en compression. Une illustration est présentée figure III. 3.

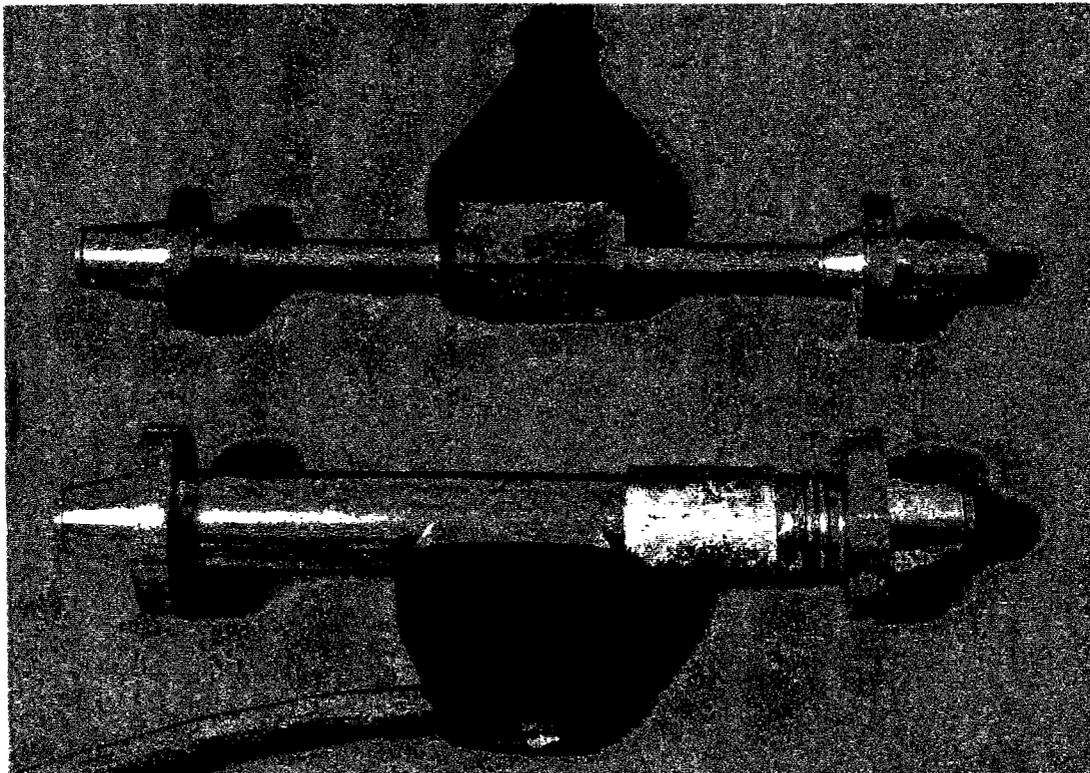


Fig. III. 3 : Comparaison entre les cordes vibrantes C110 (en haut) et nos capteurs sans raideur (en bas)

Entre les têtes, chaque capteur est graissé avant le coulage. La bague de caoutchouc est repoussée pour recouvrir le soufflet à l'extrémité droite.

⁴ Collaboration LCPC de M. Joly (Section Électronique) et C. Larive (Section Durabilité des Ouvrages d'Art)

Un dispositif d'étalonnage de ces capteurs a été conçu⁵ (Fig. III. 4) ainsi qu'un système permettant leur mise en tension à la fréquence désirée, durant le coulage du béton⁵ (Fig. III. 5). Avant coulage, tous les capteurs ont été mis en pré-tension jusqu'à stabilisation de leur réponse, afin de s'affranchir de la relaxation initiale de leur corde.

Un nouveau conditionneur a été conçu⁶ pour étendre la gamme de fréquence utilisable de 400 à 1800 Hz. En effet, la gamme couverte par un conditionneur PC6 de N.S. TELEMAT est seulement de 600 à 1200 Hz et, pour les fréquences inférieures à 800 Hz, la mesure qu'il délivre n'est pas très précise (mesure d'une oscillation forcée de la corde et non de sa fréquence de résonance).

Des multiplexeurs (8, 16 et 48 voies) ont également été conçus⁶ et réalisés⁷, permettant d'automatiser la mesure successive de plusieurs cordes avec un même conditionneur, et ceci dans les différents lieux de stockage des éprouvettes (salle de coulage, salle à 23°C et salle à 38°C). L'ensemble des mesures est enregistré sur ordinateur.

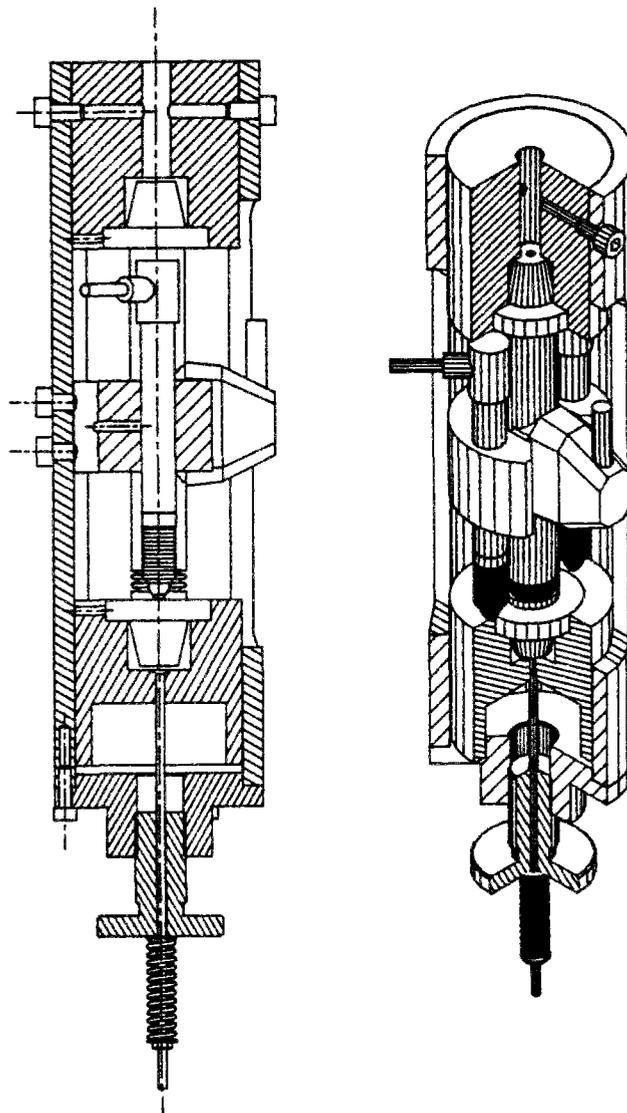


Fig. III. 4 : Appareil d'étalonnage des capteurs à corde vibrante sans raideur

- 5 Collaboration LCPC de M. Joly (Section Électronique), J. Lafon (Section Études et Fabrication), et C. Larive (Section Durabilité des Ouvrages d'Art)
- 6 M. Joly (Section Électronique, LCPC)
- 7 Section Électronique, LCPC

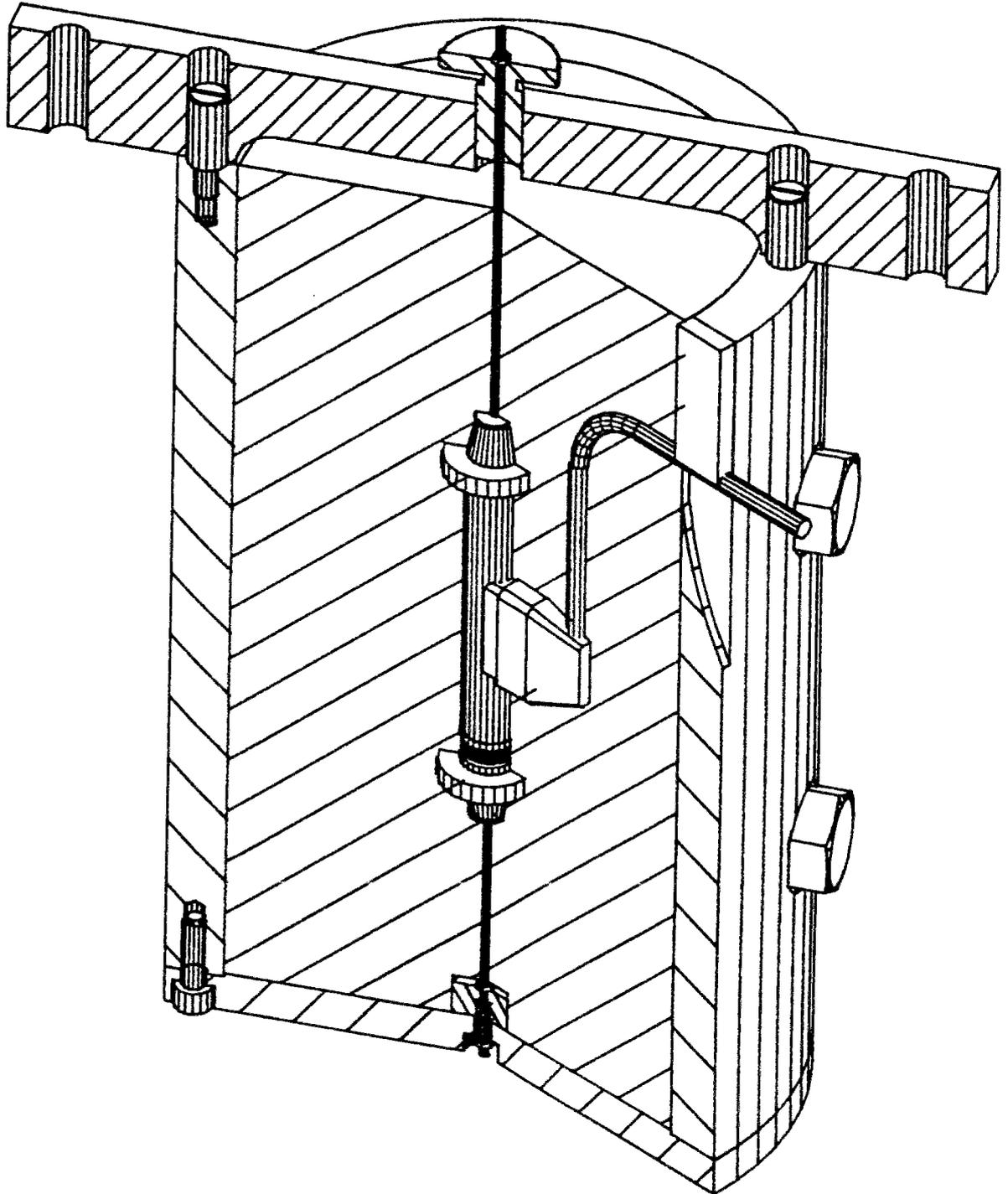


Fig. III. 5 : Système de mise en tension des cordes pendant le coulage

b Validation des mesures par capteur à corde vibrante

Avant de comparer les mesures de gonflement à coeur et en peau (Chapitre V, paragraphe A. II. 2, page 112), nous allons tout d'abord nous assurer que nous avons effectivement évité l'effet "d'armature". Pour cela, comparons les déformations longitudinales, mesurées à l'extensomètre à billes, d'éprouvettes avec et sans témoin sonore.

Le graphe suivant situe les éprouvettes $\Phi 13H24$ de composition TT équipées de cordes vibrantes par rapport au fuseau des éprouvettes de même composition conservées dans des conditions identiques (en enceinte humide à 38°C).

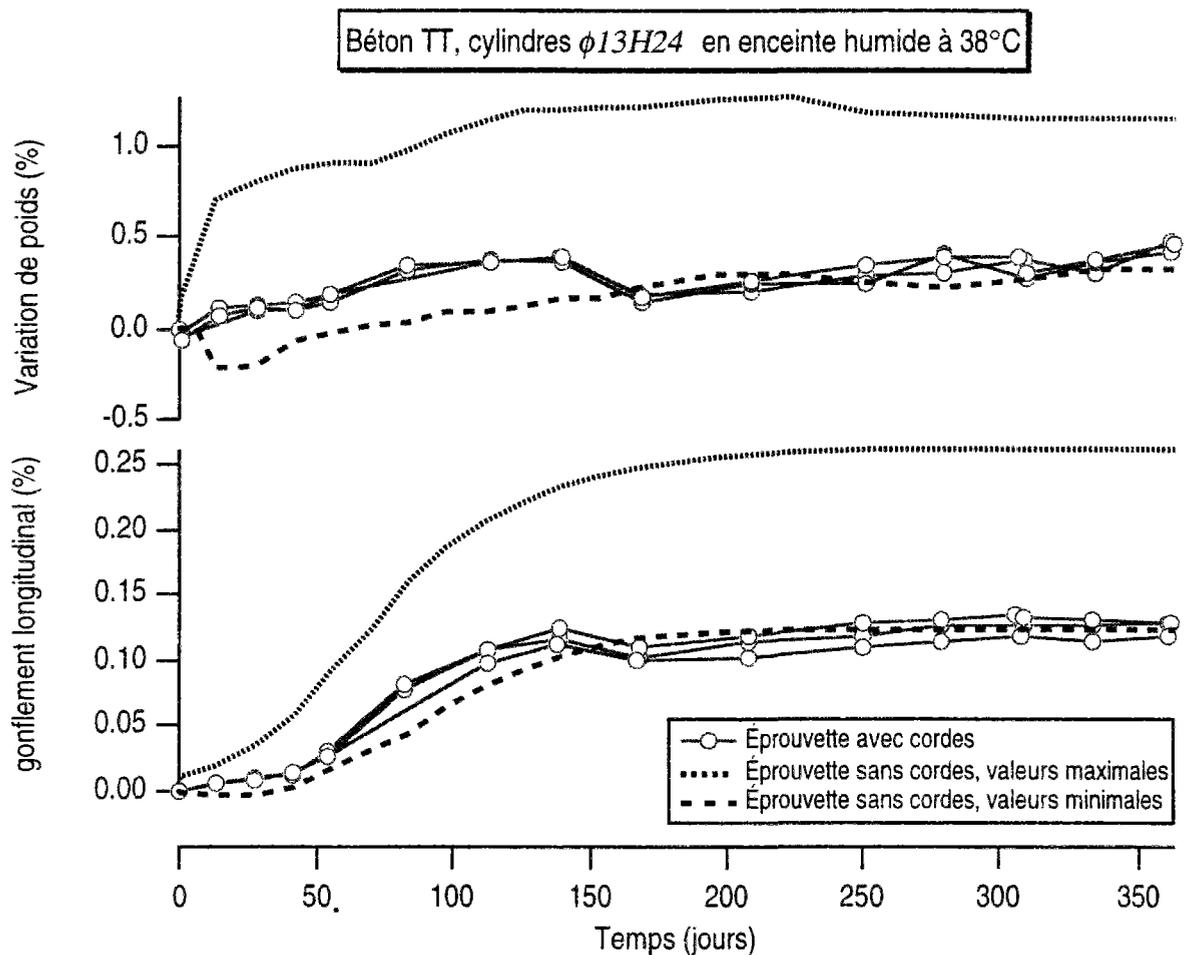


Fig. III. 6 : Influence des cordes vibrantes sur le gonflement longitudinal

On constate sur la figure III. 6 que les éprouvettes avec corde font partie de celles qui gonflent le moins. On pourrait être tenté de croire que leur gonflement est gêné par la présence des cordes. En fait, on remarque qu'elles font également partie de celles qui prennent le moins de poids. Nous allons vérifier sur d'autres exemples que la présence des cordes vibrantes n'empêche pas le gonflement des éprouvettes.

Dans le cas de cylindres $\Phi 13H24$ de composition BT et BTBIS, conservés en enceinte humide à 38°C , on retrouve le même phénomène.

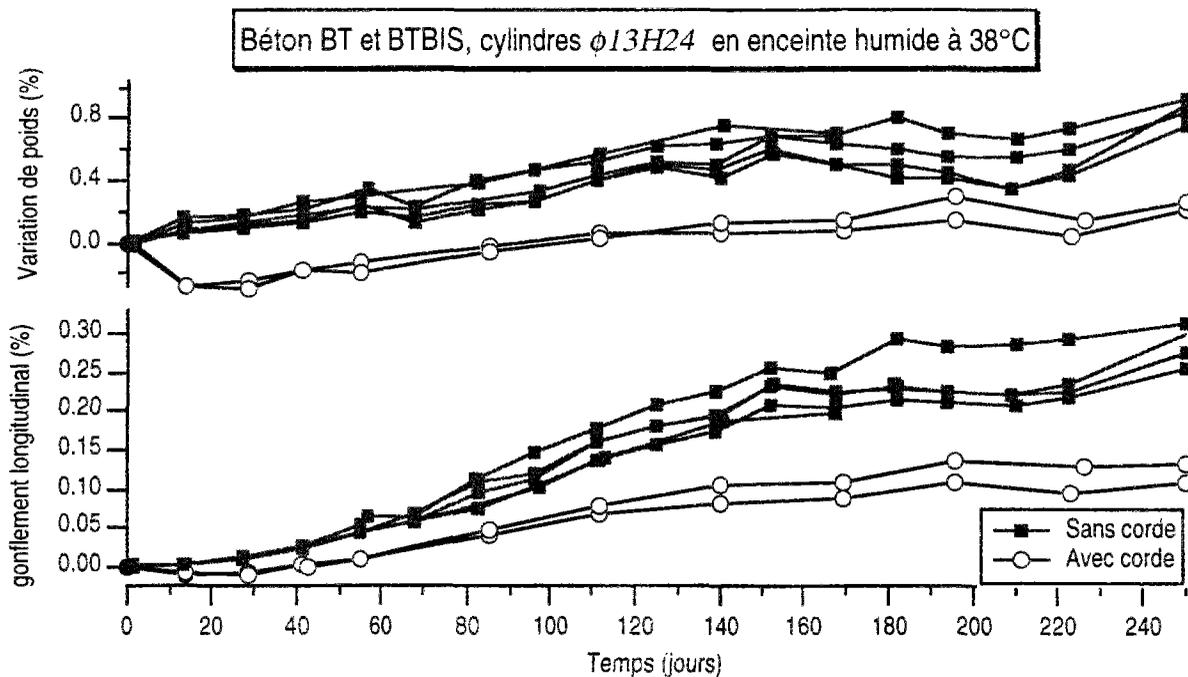


Fig. III. 7 : Influence des cordes vibrantes sur le gonflement longitudinal

On observe à nouveau des déformations anormalement faibles pour les éprouvettes munies de cordes vibrantes (marqueurs ronds vides). Leur prise de poids est, elle aussi, anormale⁸. La faiblesse de leur gonflement provient, selon toute vraisemblance, de la perte de poids initiale des éprouvettes, perte qui n'a jamais été compensée par la suite. Le graphique suivant apporte une confirmation.

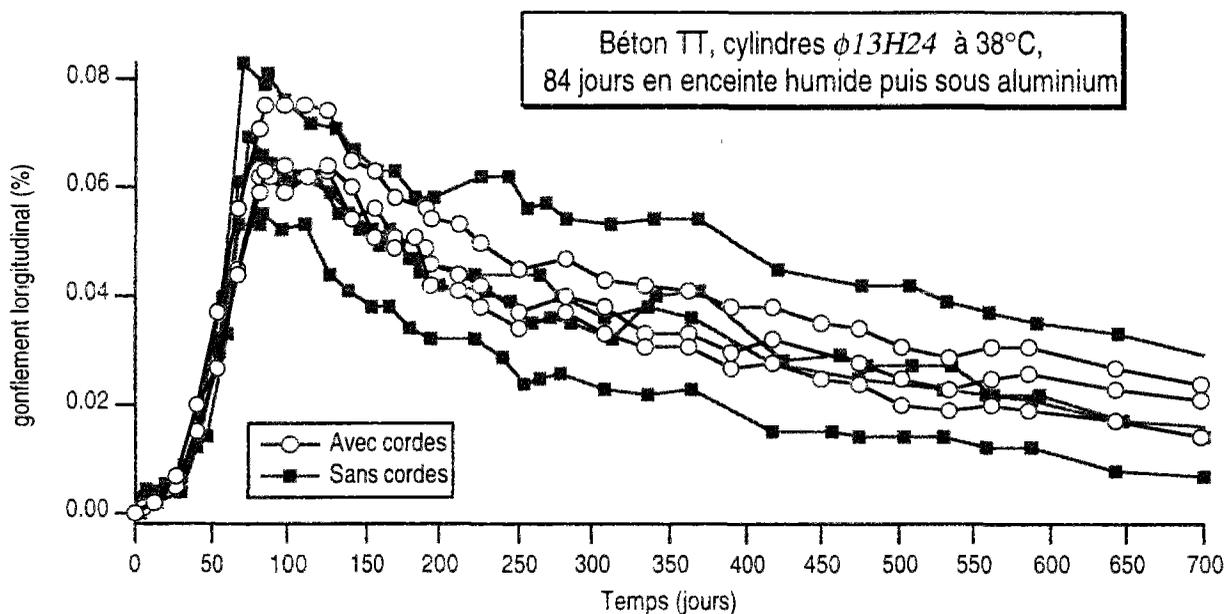


Fig. III. 8 : Influence des cordes vibrantes sur le gonflement longitudinal

⁸ Les pertes de poids initiales proviennent d'un manque d'alimentation en eau de l'enceinte de conservation. Au même moment, toutes les éprouvettes conservées dans la même enceinte présentent également une anomalie dans leur courbe de gonflement. Par contre, le fait que les courbes de poids ne rejoignent pas celles des autres éprouvettes n'est pas dû à un défaut d'alimentation en eau. En effet, dans la même enceinte, les éprouvettes 284 et 286, qui ont perdu la même quantité d'eau, au même moment, retrouvent rapidement leur poids initial (voir graphique III. 14).

Le graphe III. 8. montre un lot d'éprouvettes $\Phi 13H24$ conservées 84 jours en humidité, puis sous aluminium à 38°C. Comme précédemment, les courbes avec marqueurs ronds vides représentent le gonflement de cylindres contenant des cordes vibrantes, les courbes avec marqueurs carrés pleins correspondent aux éprouvettes sans cordes.

On constate que le gonflement est identique, avec ou sans corde. Ceci confirme donc l'hypothèse selon laquelle, dans les cas précédents, la faiblesse des gonflements des éprouvettes munies de cordes est liée aux problèmes de prise de poids et ne peut pas être imputée à la présence du capteur. Ainsi, ces capteurs sans raideur répondent bien à nos besoins.

c. Précision des mesures par capteur à corde vibrante

Le principe de fonctionnement des capteurs à corde vibrante consiste à faire vibrer, par excitation électromagnétique, une corde dont les déformations sont imposées par celles du matériau au sein duquel est noyé le capteur. La fréquence de résonance de cette corde permet de calculer sa déformation et donc celle du matériau, par comparaison avec la fréquence mesurée dans une position de référence :

$$\frac{\Delta l}{l} = K \times 625 \cdot 10^{-5} \times (f^2 - f_0^2)$$

où : $\frac{\Delta l}{l}$ est la déformation de la corde en $\mu\text{m}/\text{m}$,

f sa fréquence de résonance dans la position de mesure en Hz,

f_0 sa fréquence de résonance dans la position de référence en Hz,

K son coefficient extensométrique (en s^2).

Le coefficient extensométrique, fourni par le constructeur, est censé être identique pour tous les capteurs de même référence. Nous avons déterminé expérimentalement sa valeur pour chacun de nos 70 capteurs, avec une incertitude-type de $1,5 \cdot 10^{-3}$. Pour 64 d'entre eux, nous avons ainsi mis en évidence une étendue de $\pm 1,75\%$ par rapport à la valeur moyenne de 0,170; les 6 autres ont donné des résultats aberrants. Nous avons déterminé l'origine de ces anomalies, ainsi que celle de la dispersion des valeurs [Larive et al. 1995]. Elle réside principalement dans la différence de longueur initiale des cordes lors de la fabrication des capteurs.

Nous avons adopté comme coefficient extensométrique la moyenne des valeurs obtenues pour le lot "homogène" de capteurs. L'incertitude de la mesure provient donc à la fois de l'incertitude sur le coefficient extensométrique moyen ($0,002 \text{ s}^2$) et de celle sur la mesure de la fréquence (0,01%). On obtient une incertitude-type de $16,5 \mu\text{m}/\text{m}$ (calcul détaillé présenté en annexe 3 : MESURES DIMENSIONNELLES). Nous avons négligé l'influence de la température car les éprouvettes munies de cordes vibrantes sont conservées à une température régulée à $\pm 0,3^\circ\text{C}$.

II. Mesures transversales

1. Cahier des charges

Le cahier des charges auquel devait répondre le système de mesure des diamètres peut se résumer par les dix points suivants :

- Une pré-étude⁹ ayant montré une grande hétérogénéité des gonflements sur un même prisme de béton (écart-type de 44 μm pour un gonflement de 166 μm), le système doit permettre la mesure de nombreux diamètres sur une même éprouvette (au moins 10).
- Il doit permettre le suivi en parallèle d'une centaine d'éprouvettes.
- Il doit fonctionner aussi bien pour des éprouvettes en gonflement libre qu'à l'intérieur de bâtis de fluage.
- Il doit pouvoir résister à une forte humidité pendant toute la durée de la mesure (utile pour les éprouvettes en bâti).
- Il doit permettre un suivi fidèle pendant plus de deux ans.
- L'incertitude-type doit être inférieure à 5 μm sur un diamètre de 13 cm c'est-à-dire $\pm 40 \mu\text{m/m}$.
- Le coût du système doit être modeste.
- Le système doit être très fiable car les mesures doivent être faites à échéances fixes et tout retard compromet la réalisation du programme de mesures.
- Son emploi doit être simple car les mesures seront nombreuses dans un temps limité.
- La mesure doit être aussi indépendante que possible de l'opérateur car plusieurs opérateurs interviendront tout au long de l'étude.

2. Mise au point de la méthode de mesure

Répondant à tous ces critères, un dispositif semi-automatique amovible a été spécialement conçu¹⁰ (voir figure III. 9). Nous l'appellerons ultérieurement "robot". Le gonflement diamétral est mesuré à trois hauteurs, réparties sur 7 cm dans la partie centrale de l'éprouvette et en 10 positions angulaires différentes. Ce chiffre, paramétrable, a été choisi pour concilier un nombre suffisant de points de mesure et un temps raisonnable pour le mesurage.

Chaque éprouvette est collée, en son centre (et non sur toute la surface pour éviter au maximum le freinage), sur un socle muni de trous coniques assurant la fixation et le repositionnement des différentes pièces constituant le robot. Sur ce socle est fixée une couronne circulaire qui supporte un engrenage monté sur roulement à billes, entraîné par un moto-réducteur à codeur angulaire. Sur l'engrenage est posé un étrier portant deux séries de trois capteurs diamétralement opposés dont le palpeur est rétractable par commande pneumatique.

⁹ Sur des éprouvettes de béton réalisées par J. S. Guédon-Dubied (Section Géologie et Matériaux Naturels, LCPC)

¹⁰ Collaboration LCPC de M. Joly (Section Électronique), J. Lafon (Section Études et Fabrication), et C. Larive (Section Durabilité des Ouvrages d'Art)

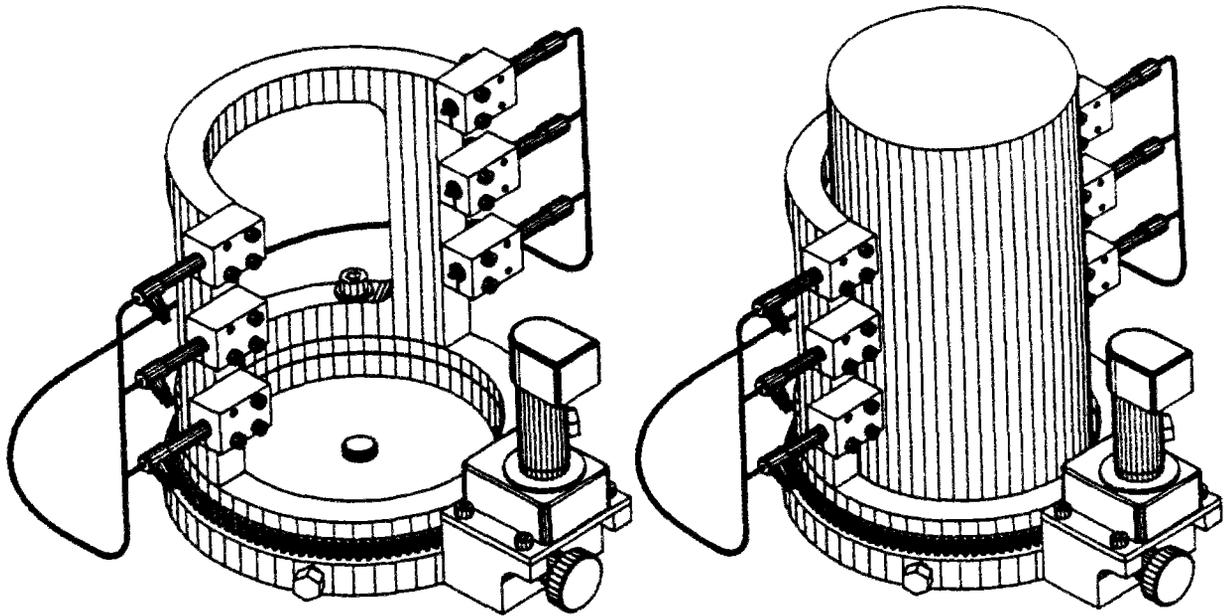


Fig. III. 9 : Robot de mesures transversales

Avant sa première mesure, chaque éprouvette subit un ponçage manuel très fin pour éliminer la légère rugosité de surface qui donnerait des résultats de mesure bruités.

Une phase de mesure comprend :

- la fixation, sur le socle de l'éprouvette, de l'ensemble formé par la couronne de base, le roulement à billes et l'engrenage,
- la mise en place de l'étrier porte-capteurs (têtes de capteurs relevées),
- la fixation du moteur et de son engrenage sur la couronne de base,
- le positionnement de l'ensemble, assuré par un détecteur à cellule photo-électrique,
- la succession de 10 séquences comprenant :
 - la mise en contact des têtes de capteurs avec l'éprouvette,
 - l'acquisition automatique des valeurs de chaque capteur,
 - le relevage des têtes de capteurs,
 - la rotation de l'étrier porte-capteurs,
 - l'arrêt après une course donnée, mesurée par codeur optique.

A la fin d'un tour, l'étrier est ramené à sa position initiale et effectue de nouveau le même parcours autant de fois que le souhaite l'opérateur (trois fois dans notre cas).

La mesure complète d'une éprouvette comprend une phase de calage par mesure statique sur un cylindre de référence en inox et deux phases dynamiques sur éprouvette. Elle est validée si et seulement si les deux derniers cycles de chaque phase donnent, pour la grande majorité des points de mesure, des résultats identiques (à 1 ou 2 micromètres près). En cas de refus (cas exceptionnel), on recommence jusqu'à obtention de deux phases consécutives répondant au critère de validation. La mesure en chaque point est obtenue en faisant la moyenne des deux derniers tours de chacune des deux phases dynamiques validées.

L'ensemble des fonctions d'enregistrement du numéro de l'éprouvette et de la date de la mesure, de pilotage du moteur, de relevage des têtes de capteurs, d'acquisition des valeurs et d'enregistrement des données est géré par micro-ordinateur, grâce à une carte d'interface spécifique, et un logiciel spécialement réalisé pour cet usage¹¹.

Les capteurs utilisés sont des capteurs inductifs GT22 (TESA). L'étendue de mesure de chaque capteur est de ± 1 mm, ce qui offre une étendue de mesure totale de ± 2 mm si le gonflement est uniforme. Le conditionneur est un BPI (TESA) qui alimente les capteurs, conditionne les signaux, les numérise, gère les échanges d'ordre avec l'ordinateur par une liaison série RS232. Sa résolution est de 1 μm .

Comme pour les extensomètres à billes, des appareils différents ont été utilisés dans la salle à 23°C et celle à 38°C.

3 Précision des mesures transversales

L'incertitude sur les valeurs de déformations transversales est composée de l'incertitude sur le signal délivré par chacun des capteurs, et de la reproductibilité des mesures (influence du repositionnement, de l'opérateur, des variations de température, d'autres grandeurs à déterminer...).

Comme pour l'extensomètre à billes (les capteurs utilisés sont identiques), nous n'avons aucune erreur de justesse, ni de linéarité dans la gamme [-1 000 ; + 1 000 μm] à laquelle nous nous sommes limités.

Le calcul détaillé de l'incertitude est présenté en annexe 3 : MESURES DIMENSIONNELLES. On obtient finalement une incertitude-type de $\pm 6 \mu\text{m/m}$ pour une mesure moyenne, et de $\pm 24 \mu\text{m/m}$ pour la mesure ponctuelle d'un diamètre.

L'incertitude élargie (à $k=1,96$) est de $\pm 11 \mu\text{m/m}$ sur le gonflement transversal moyen, et de $\pm 47 \mu\text{m/m}$ sur le gonflement transversal d'un seul diamètre.

¹¹ B. Lacaille (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC)

D. DISTINCTION ENTRE ERREUR ET HÉTÉROGÉNÉITÉ

Pour tout programme expérimental, l'interprétation des résultats nécessite de distinguer les dispersions imputables à la précision des mesures, et celles provenant de l'hétérogénéité intrinsèque des matériaux ou du phénomène [Baron. 1971]. Cela est particulièrement important dans le cas de l'alcali-réaction, dont le développement dépend de la présence de sites réactifs aléatoirement dispersés dans la matrice cimentaire.

Nous avons évalué dans le paragraphe précédent les incertitudes liées aux méthodes de mesure ; nous comparons ci-dessous la dispersion des résultats ponctuels obtenus sur une même éprouvette, mesurée en plusieurs points, à celle des valeurs moyennes, obtenues sur plusieurs éprouvettes, de caractéristiques aussi identiques que possible.

1. Dispersion des mesures de déformation longitudinale

Les graphes suivants montrent, pour différentes éprouvettes, les valeurs de gonflement de chacune des trois génératrices de cylindres $\Phi 13H24$. Sur chaque graphe sont également tracées les courbes correspondant aux valeurs extrêmes des gonflements moyens d'un lot de cylindres $\Phi 13H24$ de même composition, conservées dans des conditions de conservation identiques.

La dispersion des mesures, d'une génératrice à l'autre, est très variable :

- Les trois génératrices peuvent avoir des gonflements voisins.

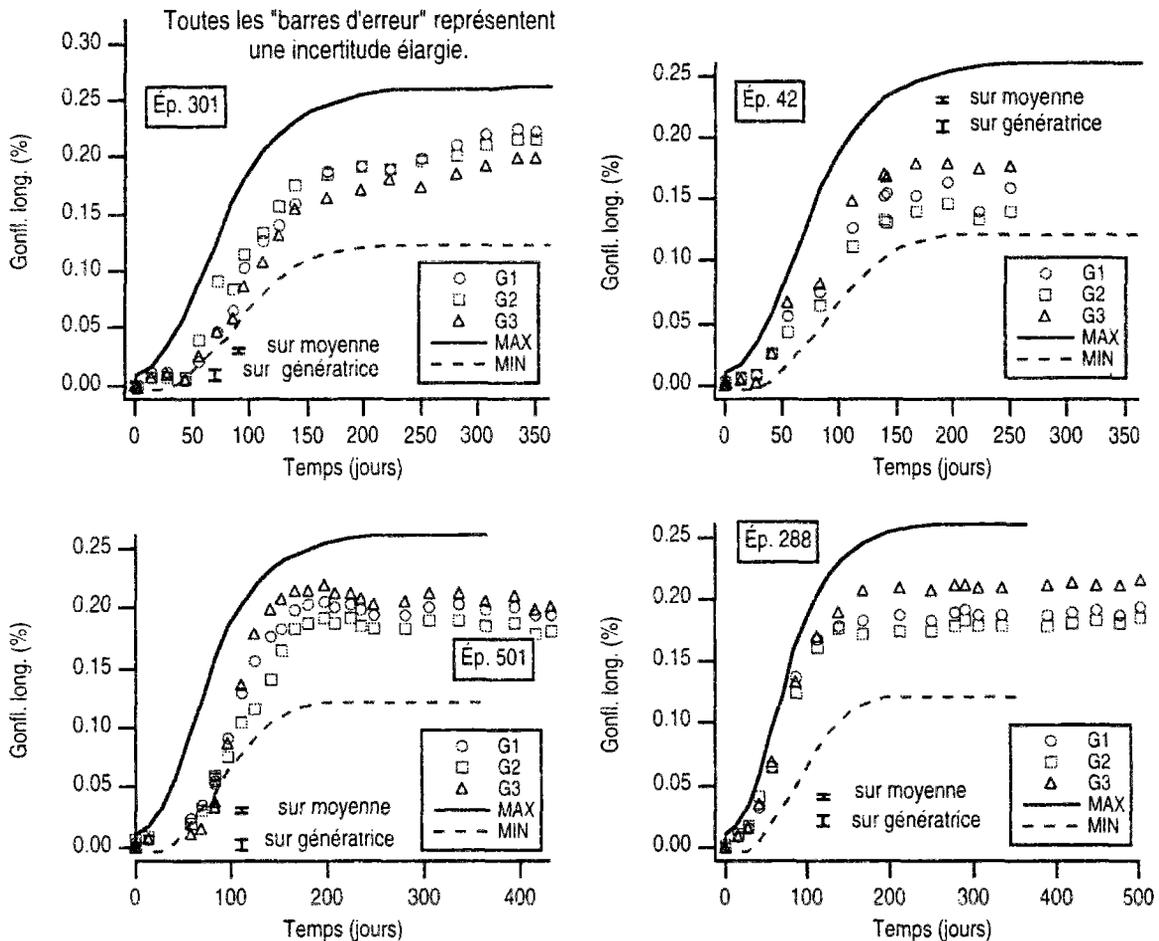


Fig. III. 10 : Comparaison des mesures longitudinales de trois génératrices d'une même éprouvette aux extrema des gonflements longitudinaux moyens d'un lot d'éprouvettes identiques

- Les écarts entre les trois génératrices d'une même éprouvette peuvent être beaucoup plus importants, pratiquement aussi grands que l'écart maximum entre les gonflements moyens d'un lot d'éprouvettes.

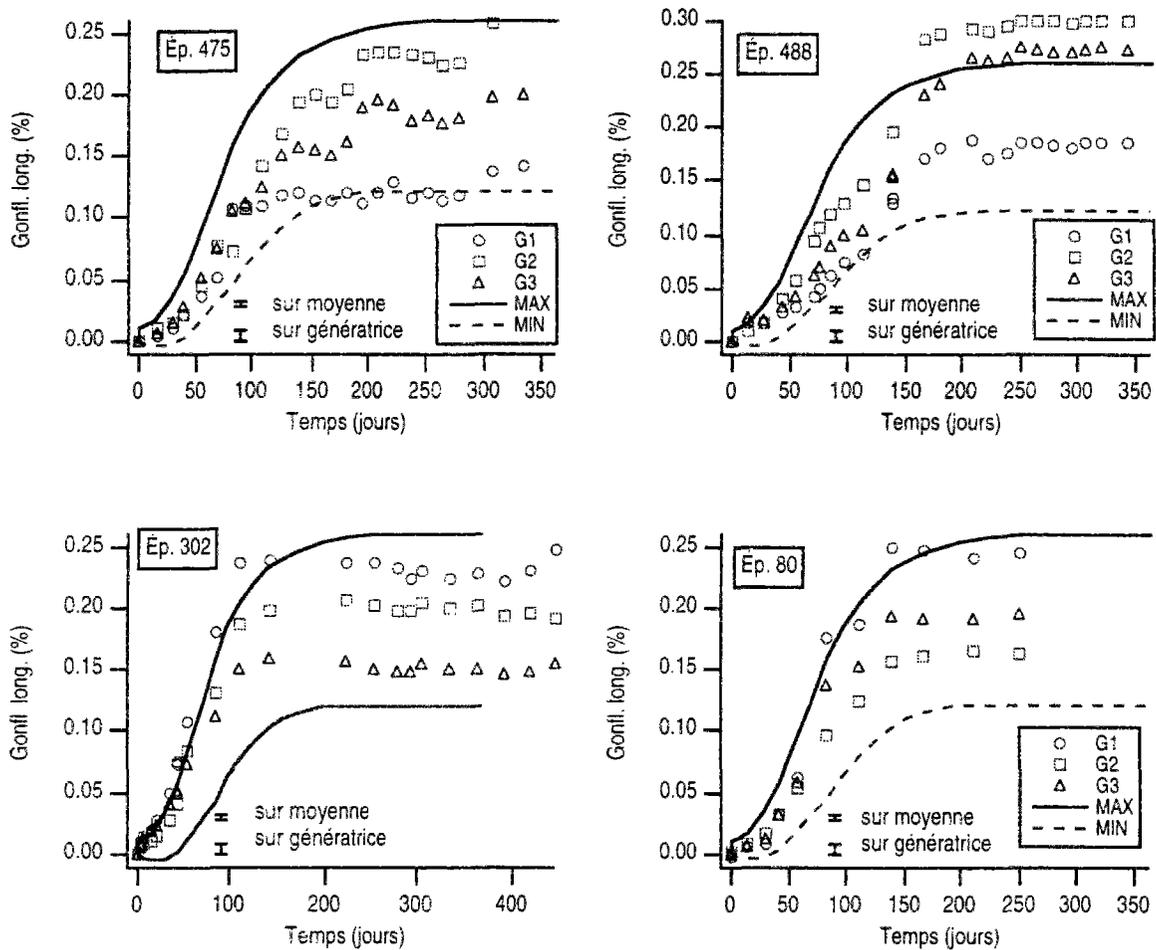


Fig. III. 11 : Comparaison des mesures longitudinales de trois génératrices d'une même éprouvette aux extrema des gonflements longitudinaux moyens d'un lot d'éprouvettes identiques

- On trouve tous les cas de figure intermédiaires.

2. Dispersion des mesures de déformations transversales

Observons maintenant la dispersion des gonflements transversaux d'éprouvettes réactives conservées en enceinte humide à 38°C. Les graphes suivants montrent deux exemples.

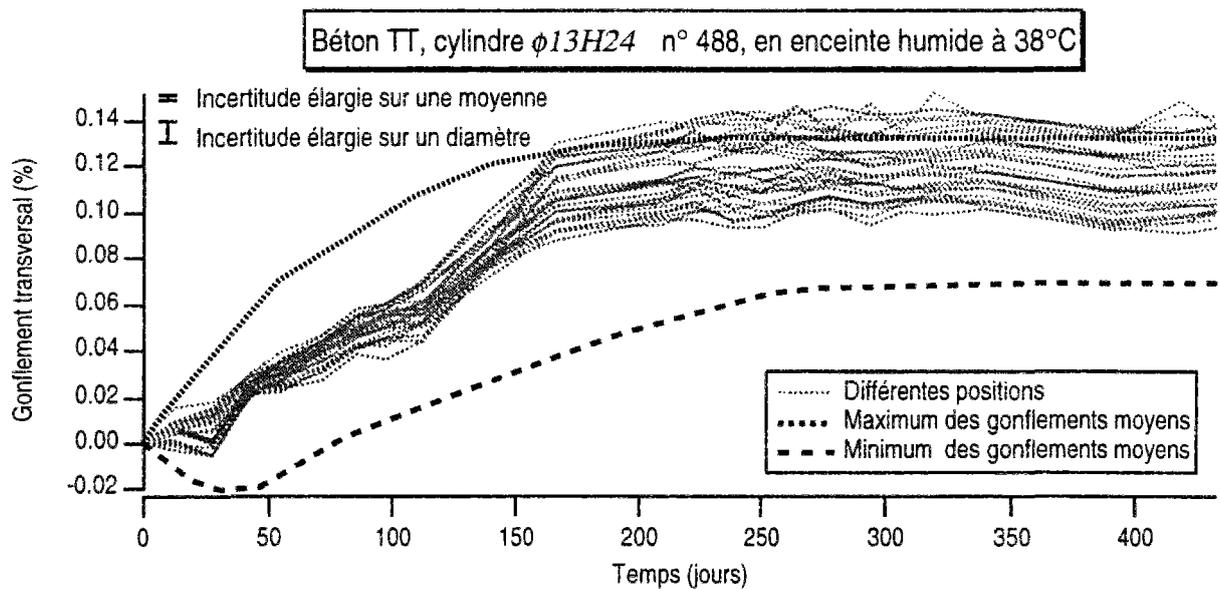


Fig. III. 12 : Comparaison des mesures transversales de trente diamètres d'une même éprouvette aux extrema des gonflements transversaux moyens d'un lot d'éprouvettes identiques

Le graphe III. 12 représente les gonflements diamétraux mesurés en trente positions sur une même éprouvette, ainsi que l'enveloppe des gonflements diamétraux moyens mesurés sur 23 éprouvettes. Ce graphe est un exemple de fuseau de gonflement diamétral "serré" (écarts de 1 à 1,5), c'est-à-dire que, pour chacune des éprouvettes dont nous avons suivi le gonflement diamétral, la dispersion que nous avons obtenue est au moins de cet ordre.

Ce graphe III. 12 présente un cas optimal où les trente mesures de diamètre donnent des résultats exploitables. Le plus souvent, quelques points de mesure sont situés sur des anfractuosités du béton et donnent des valeurs aberrantes. Le tri entre les "bonnes" et les "mauvaises" mesures reste cependant facile car les mauvaises donnent des résultats incohérents.

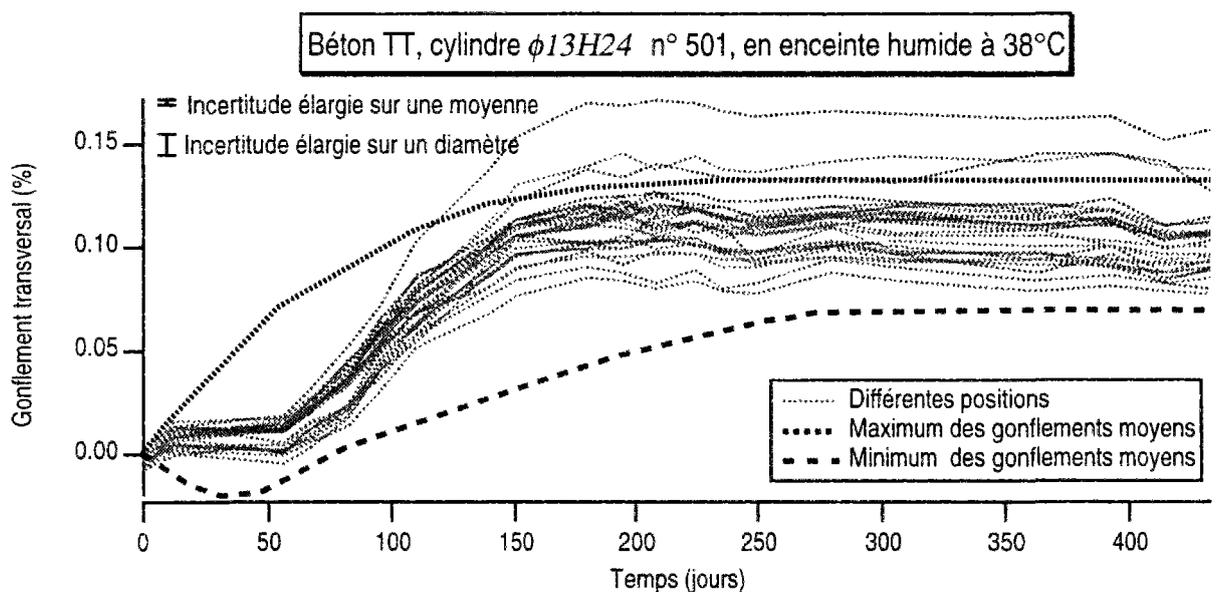


Fig. III. 13 : Comparaison des mesures transversales de trente diamètres d'une même éprouvette aux extrema des gonflements transversaux moyens d'un lot d'éprouvettes identiques

Le graphe III. 13 représente un fuseau de gonflement diamétral "large". Cet exemple n'est pas isolé. Avec des gonflements transversaux variant environ de 1 à 2, cette éprouvette n'est pas celle dont le fuseau est le plus large (de 1 à 2,2 pour l'éprouvette 177, de 1 à 2,35 pour la 481, etc.).

Ainsi, l'hétérogénéité intrinsèque de l'alcali-réaction engendre des écarts de 1 à plus de 2 sur les mesures de déformations d'une même éprouvette. Cette hétérogénéité provient de la disparité de la répartition de la silice réactive dans les granulats.

Remarquons de plus que l'on ne peut pas parler de "profil" de gonflement des éprouvettes. Sur certaines, les gonflements, à une hauteur donnée, sont supérieurs à ceux mesurés aux autres hauteurs ; pour d'autres, c'est également le cas, mais pour une hauteur différente ; pour d'autres encore, les mesures aux trois niveaux sont réparties sur toute la largeur du fuseau.

Une origine des écarts constatés entre deux éprouvettes réside dans les apports d'eau extérieurs. Le lien entre le gonflement et ces apports d'eau apparaît souvent très nettement. Pour ne montrer ici qu'un exemple, le graphe suivant illustre comment une chute brutale du gonflement est visiblement liée à un problème de conservation des éprouvettes.

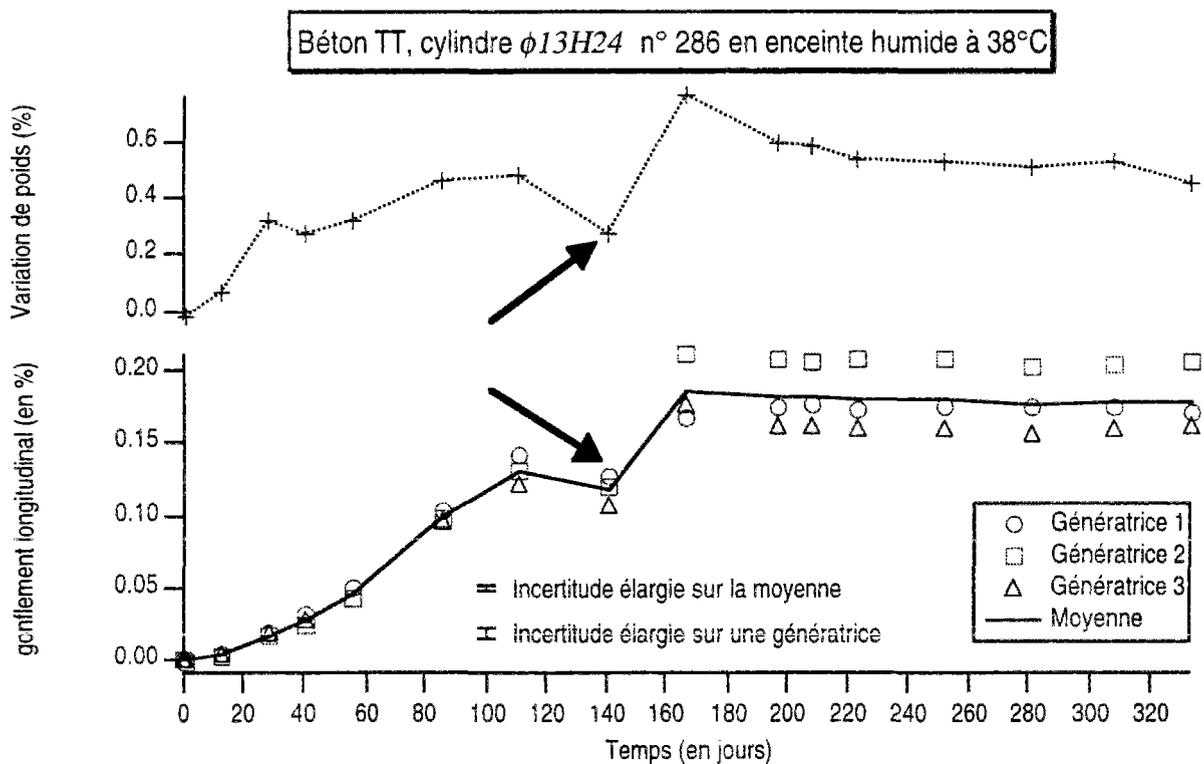


Fig. III. 14 : Relation entre gonflement longitudinal et variation de poids

On déduit du graphe III. 14 que la prise de poids des éprouvettes est à exploiter systématiquement en parallèle avec leur gonflement, ce dernier étant extrêmement sensible aux apports d'eau extérieurs. Sans suivi du poids, nous aurions pu conclure à une erreur de mesure.

Ainsi, il apparaît que, sur une même éprouvette, trente mesures de diamètres varient toujours au moins de 1 à 1,5 et peuvent varier de 1 à 2,35 dans certains cas. Par ailleurs, la dispersion des résultats est toujours à étudier en fonction des

conditions de conservation des éprouvettes et, plus précisément, des apports d'eau extérieurs, ou de leur absence¹² [Wood & Johnson. 1989] !

E. MODES OPÉRATOIRES DES ESSAIS DESTRUCTIFS

Après leur suivi dans le temps, les éprouvettes sont soumises à des essais destructifs permettant d'observer le développement de l'alcali-réaction à l'échelle microstructurale, ou d'évaluer leurs propriétés mécaniques. Nous allons rapidement décrire les modes opératoires de ces deux types d'essais.

I. Analyse minéralogique

Outre la mesure de la densité et de la porosité du béton à étudier, suivie de la préparation de l'échantillon, l'application de cette méthode comporte plusieurs autres étapes préliminaires, avant d'utiliser le logiciel MINÉRAUX:

- analyses chimiques,
- analyses thermiques,
- diffractométrie des rayons X,

Ces différentes étapes sont décrites ci-dessous.

1. Étapes préliminaires

a. Mesures de porosité¹³

L'échantillon, d'environ trois cents grammes, doit provenir du coeur de l'éprouvette. Il est séché pendant 4 jours à 60°C. On le fait ensuite refroidir pendant 3/4 d'heure dans un dessiccateur. Il est alors pesé : c'est la pesée sèche (Ps). Il est ensuite immergé pendant 4 heures dans de l'eau distillée et on le fait dégazer toutes les heures, en le remuant avec précaution. Après cette immersion, l'échantillon est pesé sur une balance hydrostatique : c'est la pesée immergée (Pi). Puis il est ensuite essuyé avec un papier absorbant jusqu'à ce que sa surface soit mate, et pesé de nouveau : c'est la pesée humide (Ph). La porosité p, (en %) est alors calculée grâce à la formule suivante : $p = 100 (Ph - Ps) / (Ph - Pi)$. La densité apparente, d, de l'échantillon est obtenue par $d = Ps / (Ph - Pi)$.

b. Préparation des échantillons pour analyses¹⁴

A partir d'une éprouvette d'environ 7,5 kg, il faut obtenir une poudre de granulométrie juste inférieure à 315 micromètres. Les analyses chimiques et thermiques sont ensuite réalisées sur un échantillon de cette poudre. La durée de l'opération rend impossible le broyage de la totalité de l'éprouvette. On en broie environ 500 grammes. Il est donc fondamental que cet échantillon soit représentatif de l'éprouvette complète, puis que la poudre soit parfaitement homogénéisée avant analyse.

¹² Cf note de bas de page n° 8 de ce chapitre, page 57.

¹³ Réalisées au LCPC, tout d'abord par J.P. Davy (Service Physico-Chimie des Matériaux de Construction), puis par G. Renard (Section Durabilité des Ouvrages d'Art)

¹⁴ D. Béconne, G. Renard (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC)

Dans un premier temps, la méthode utilisée a consisté à :

- concasser l'ensemble de l'éprouvette jusqu'à obtention d'une granulométrie inférieure à 10 mm,
- prélever, à l'aide d'un échantillonneur à riffles, un échantillon d'environ 500 grammes,
- broyer cet échantillon en extrayant, au fur et à mesure, par tamisage, la poudre inférieure à 315 micromètres,
- homogénéiser cette poudre par dix quartages successifs.

Il s'est avéré que le quartage à l'aide d'un diviseur à riffles ne permettait pas d'assurer la représentativité de l'échantillon. Cette opération nécessite en effet de très grandes précautions [Gy. 1983]. Nous avons constaté que deux échantillons n'ont une granulométrie identique après quartage que si leur poids est identique. Or, suivant la façon dont le concassât est versé dans l'échantillonneur, ceci est plus ou moins sensiblement éloigné de la réalité. En conséquence, une première série d'analyses n'a pas conduit aux résultats escomptés. Ces résultats sont présentés malgré tout, car ils mettent en évidence l'incidence des méthodes de préparation et donnent une première idée de la précision de la méthode.

Dans un deuxième temps, nous avons exclu de notre mode opératoire toute opération de division par diviseur à riffles. Le Service Physico-Chimie des matériaux du LCPC s'étant équipé d'un répartiteur PK1000 au deuxième semestre 1995, nous avons travaillé de deux façons :

- Les éprouvettes qui avaient déjà été concassées à 10 mm ont été entièrement reconcassées à 6 mm, puis nous avons utilisé le répartiteur pour obtenir un échantillon d'environ 750 grammes, vraiment représentatif de l'ensemble, que nous avons ensuite broyé et homogénéisé.
- Les éprouvettes entières ont été tranchées à sec par cisaillement (avec le dispositif utilisé pour les essais à l'acétate d'uranyle présenté ci-après). Les tranches ont été numérotées de bas en haut de 1 à 8 et les tranches 3, 5 et 7 ont été cassées en quatre morceaux. Deux morceaux opposés de chaque tranche ont été concassés à 6 mm, passés au répartiteur pour obtenir trois échantillons de 150 g, qui sont alors broyés puis homogénéisés par cinq quartages successifs.

La validité de ces deux méthodes de préparation a fait l'objet d'une étude particulière [Champerois & Touzé. 1995].

c. Méthodes d'analyses¹⁵

• **Diffraction des rayons X**

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées avec un générateur Philips PW 1830, équipé d'une anticathode de cobalt, d'un compteur proportionnel à gaz et d'un monochromateur arrière¹⁶.

¹⁵ Les analyses chimiques utilisées pour l'application du programme MINÉRAUX ont été réalisées par M. Bouzanne (Laboratoire Régional de l'Est Parisien) ; les analyses thermiques et la diffraction des rayons X par G. Platret (Service Physico-Chimie des Matériaux de Construction, LCPC)

¹⁶ Plus de détails sur la diffraction des rayons X, la thermogravimétrie et les méthodes d'analyses chimiques sont présentés en annexe 2 : MÉTHODES D'ANALYSE.

- **Analyses thermiques**

Les analyses thermiques ont été réalisées avec un analyseur thermique simultané Netzsch STA 409 E. Cet appareil permet de réaliser sur un même échantillon une analyse thermogravimétrique (ATG) et sa dérivée (DTG), ainsi qu'une analyse thermique différentielle (ATD).

- **Analyses chimiques**

Le détail des modes opératoires est présenté en annexe 2 : MÉTHODES D'ANALYSE.

Les analyses chimiques ont été réalisées après mise en solution par une attaque à l'acide nitrique dilué [Deloye, 1986], précédée d'un essai préliminaire faisant l'objet d'un dosage acidimétrique pour déterminer la quantité d'acide nécessaire.

Le résidu insoluble est obtenu après filtration de la solution d'attaque et calcination à 1000°C.

La silice a été dosée par gravimétrie du complexe silicomolybdique avec la quinoléine, méthode reconnue parmi les plus précises (voir le mode opératoire dans la norme NF P 98-107).

Le calcium a été obtenu par titrage complexométrique par l'EGTA, méthode plus précise que les méthodes spectrométriques d'absorption atomique, compte tenu de sa teneur élevée dans le béton. La précision du titrage complexométrique a été améliorée par l'utilisation d'un photomètre à fibre optique pour détecter le "virage".

Le fer, le magnésium, le sodium, le potassium et l'aluminium ont été dosés par spectrométrie d'absorption atomique. Pour l'aluminium, les interférences ont été corrigées, le cas échéant, par la méthode "des ajouts dosés".

Le CO₂ total a été obtenu à l'aide de l'alcalimètre Schroedter.

Les sulfates et la perte au feu ont été déterminés par gravimétrie selon la norme NF EN 196-2.

2. Principe du calcul minéralogique

Pour un béton, l'attaque à l'acide nitrique dilué au 1/50ème fait passer en solution la calcite, la dolomite et le ciment. Les granulats non calcaires demeurent insolubles, sauf si une partie de la silice qu'ils contiennent a été solubilisée par l'alcali-réaction. Dans ce cas, le calcul itératif basé sur la formule du CETIC et la détermination de la teneur en ciment à partir de la silice soluble conduisent à des quantités de ciment supérieures aux quantités réellement utilisées, ainsi qu'à une carbonatation trop élevée.

L'adaptation de "MINÉRAUX" aux bétons dégradés par l'alcali-réaction consiste à imposer, après un premier calcul, la valeur réelle de la carbonatation (mesurée par DTG) et à en déduire le CO₂ des granulats. La ventilation de ce CO₂ entre la calcite et la dolomite est basée sur la valeur de la dolomite obtenue lors de la première phase du calcul. La chaux restante est alors celle du ciment, ce qui permet, connaissant son analyse, de calculer la teneur en ciment du béton et la quantité de silice soluble correspondante. L'excédent est théoriquement de la silice des granulats rendue soluble par l'alcali-réaction. On remarque que l'on obtient souvent également un excédent d'alumine, ce qui suppose que la silice était au moins partiellement incluse dans un réseau argileux.

II. Essais de fluorescence

La méthode de travail que nous avons définie avec l'équipe qui a réalisé ces essais¹⁷ consiste à maximiser la surface observée. Ceci a été obtenu en découpant chaque éprouvette par cisaillement en huit tranches de 3 cm d'épaisseur (en cherchant à faire des tranches plus fines, on augmente le risque de rupture durant l'opération). Pour préparer ces tranches, nous avons utilisé trois anneaux percés au diamètre des éprouvettes. Sur l'anneau central, le trou est légèrement excentré. L'ensemble est placé sous une presse à main, où, en alignant les anneaux, on rompt l'éprouvette suivant un plan transversal. Le dispositif utilisé est schématisé ci-dessous.

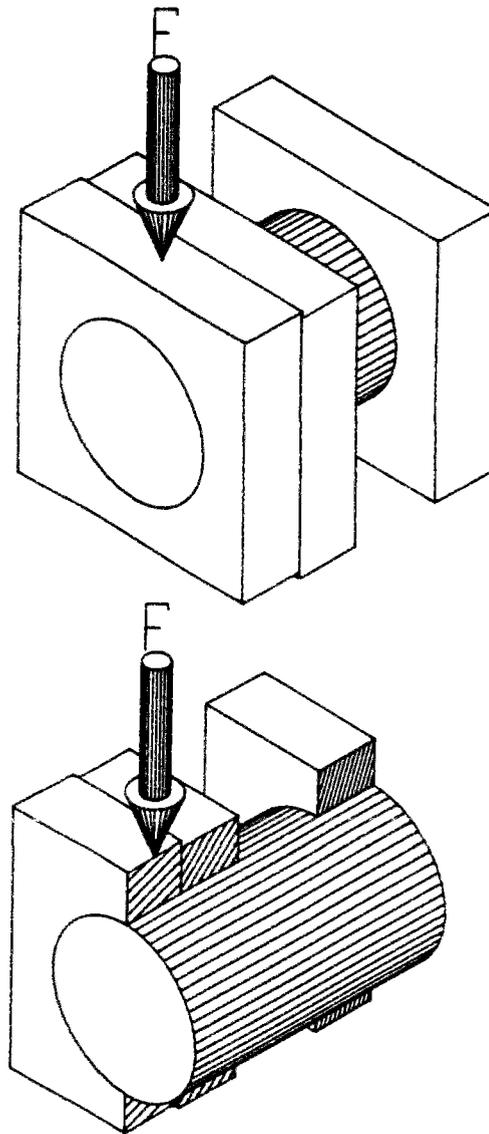


Fig. III. 15 : Schéma de principe du dispositif de tranchage des éprouvettes

¹⁷ J. S. Guédon-Dubied et F. Martineau (Section Géologie et Matériaux Naturels, LCPC)

Les deux faces de chaque tranche (une seule pour les tranches haute et basse) sont traitées suivant la méthode d'essai n°36 des LPC. Cette méthode consiste à pulvériser sur le béton une solution contenant 10 mg d'acétate d'uranyle dissous dans un mélange de 5 ml d'acide acétique à 30% et de 95 ml d'eau distillée puis à éclairer les faces traitées avec un rayonnement U.V. de longueur d'onde 254 nm.

Une diapositive de chacune des tranches est ensuite prise dans des conditions d'éclairage toujours identiques, et avec un réglage déterminé de l'appareil photographique. Après numérisation de la diapositive, à l'aide d'un scanner, un carré de 9 cm de côté est traité par analyse d'image à l'aide du logiciel OPTILAB, sur Macintosh. Il est soumis à un seuillage automatique. Le logiciel quantifie ainsi automatiquement le pourcentage de surface recouverte par des produits fluorescents.

III. Observations par microscopie électronique à balayage¹⁸

Les échantillons sont prélevés par carottage, de manière à contrôler la reproductibilité des emplacements de prélèvement. Neuf "mini-carottes" de 20 mm de diamètre et 5 cm de longueur sont extraites de chaque éprouvette, réparties suivant trois génératrices et à trois hauteurs prédéterminées. Le carottage s'effectue sous eau. Pour éviter la carbonatation, les emplacements laissés par le carottier sont ensuite séchés à l'air comprimé, puis la carotte est rompue par flexion. Les tranches de mini-carottes, utilisées pour l'observation, sont obtenues par cisaillement à l'aide d'un petit appareillage, dont le principe est identique à celui utilisé pour trancher les éprouvettes avant essai à l'acétate d'uranyle. Cette opération se faisant à sec, les surfaces de rupture (cassures fraîches) sont exemptes de carbonatation.

Un évaporateur de carbone EMSCOPE TB500 permet de déposer une fine couche conductrice sur les échantillons, qui sont ensuite observés à l'aide d'un microscope Philips XL30. Les analyses qualitatives élémentaires des produits sont effectuées avec une sonde à dispersion d'énergie EDAX DX4, intégrée au microscope.

IV. Essais mécaniques¹⁹

Les essais sont effectués sur une presse uniaxiale MFL à commande numérique, de capacité 5000 kN. Nous utilisons un asservissement en force.

1. Mesure du module d'Young

Les mesures de module ont été réalisées au moyen d'un extensomètre J2P, classiquement utilisé au LCPC. Son principe consiste à disposer deux couronnes fixées chacune par trois vis pointeaux à 120° sur le cylindre de béton. Ces deux couronnes sont espacées de 10 cm et trois capteurs permettent de déterminer leur déplacement relatif. L'originalité de cet appareillage réside dans le mode de fixation des couronnes, qui permet de conserver un effort de contact pointeau-éprouvette constant lors du chargement, et évite l'apparition de jeu lors de cycles chargement-déchargement [*Boulay & Colson. 1981*].

¹⁸ N. Louarn (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC)

¹⁹ Réalisés par A. Laplaud (Laboratoire Régional de l'Ouest Parisien) et D. Béconne (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC)

Les éprouvettes sont soumises à une première montée en charge jusqu'à 30% de leur résistance en compression estimée, suivie de deux cycles de déchargement-chargement entre 5% et 30% de cette résistance.

Dans un premier temps, nous avons acquis les résultats sur table traçante. La vitesse de montée en charge était alors de 30 MPa/mn. Dans un second temps, l'enregistrement de la force et du déplacement a été fait sur ordinateur et nous avons réduit la vitesse de montée en charge à 4,5 MPa/mn. Nous nous sommes assurés que ce changement de protocole ne modifiait pas la valeur du module.

Le module est obtenu par la pente de la droite représentant la contrainte en fonction de la déformation, contrainte calculée à partir de la force enregistrée. La valeur utilisée est généralement une moyenne entre les pentes des deuxième et troisième montées en charge. En fait, la pente calculée à partir de la troisième montée en charge est quasiment identique à celle de la deuxième ; par contre, celle de la première montée est inférieure aux deux suivantes, dans des proportions variables (entre 5 et 15% environ).

Finalement, nous avons préféré adopter comme valeur du module la pente de la première montée en charge. En effet, Cette valeur reste constante lorsqu'on répète l'essai après avoir laissé reposer l'éprouvette environ un quart d'heure²⁰, même pour des éprouvettes fissurées²¹. La réponse d'un béton fissuré à des sollicitations espacées dans le temps serait donc régie par la valeur de la première pente. Ce choix va dans le sens de la sécurité.

2. Mesure de résistance en compression

La résistance en compression a été déterminée suivant la norme NF P 18-406.

3. Mesure de résistance au fendage

La résistance au fendage a été évaluée suivant la norme NF P 18-408.

²⁰ De plus, l'importance de l'hystérésis varie avec la méthode de mesure et est sensiblement accentuée lors de l'utilisation d'un J2P, par rapport aux résultats obtenus avec des jauges collées.

²¹ L'influence des fissures se manifeste, dans certains cas seulement, par une concavité de la courbe contrainte déformation. Cette concavité se retrouve, quoique amoindrie pour tous les cycles de chargement. Un deuxième essai, une vingtaine de minutes plus tard, conduit aux mêmes résultats que le premier. Ceci laisse penser que la fermeture des fissures sous l'effet d'un cycle de chargement est **partiellement** réversible sur une faible durée, et **totalem**ent réversible en moins d'une demi-heure.

F. MODES OPÉRATOIRES DES ESSAIS IN VITRO

Parallèlement aux essais sur éprouvettes de béton, les collaborations avec l'Université Paris-Sud et le Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées de Strasbourg, dont le principe a été décrit dans le chapitre II, ont suivi les modes opératoires détaillés ci-dessous.

I. "Simulation" de l'alcali-réaction en dehors du béton²²

Cette méthode d'essai a été appliquée à la formation de produits de réaction à partir d'opale de Saint Pierre Eynac (Haute-Loire), plongée dans une solution de type "solution interstitielle du béton".

Le protocole expérimental consiste à immerger 20 g d'opale de granulométrie 1,25-2,5 mm dans 30 ml de solution composée de :

- 20 ml de solution de KOH 0,6 M,
- 10 ml de solution de SrCl_2 $4,2 \cdot 10^{-3}$ M,

ce qui constitue finalement une solution de concentration en K^+ et OH^- de 0,4 M et en Sr^{2+} de $1,4 \cdot 10^{-3}$ M. On ajoute à cette solution 5 g de portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$).

Un suivi régulier des différentes concentrations a été réalisé aux deux températures de 25 et 38°C.

Les expériences sont réalisées en régime statique, c'est-à-dire sans aucune agitation, et à l'abri du CO_2 atmosphérique, pour éviter toute carbonatation. Toutes les mesures sont doublées et comparées à celles d'échantillons témoins de même composition, mais sans opale.

II. Solubilisation de la silice en milieu alcalin²³

Les essais de solubilisation de la silice en milieu purement alcalin ont été réalisés avec des calcaires du Tournaisis et du Boulonnais, ainsi que de l'opale de Saint Pierre Eynac. Le calcaire du Tournaisis a été testé avant et après décarbonatation. Les essais ont été conduits à plusieurs températures (20, 38, 60 et 80°C), sur différentes granulométries (4/6,3 mm, 1,25/2,5 mm, ainsi que sur la granulométrie des gravillons utilisés pour le coulage des bétons), et avec plusieurs solutions alcalines (soude 1N, potasse 1N, potasse 1,42N : concentration approximative de la solution interstitielle des bétons étudiés).

Pour ce faire, des échantillons de $50 \pm 0,1$ g sont placés dans des flacons hermétiques en polyéthylène (à 20 et 38°C) ou en téflon ® (à 60 et 80°C). Après un ajout de 30 ml de solution d'hydroxyde de potassium, les flacons sont scellés et conservés à la température souhaitée, sans agitation. Pour certains essais, Les proportions solide/liquide ont été modifiées. Les modes opératoires détaillés, ainsi que l'ensemble des résultats, sont présentés dans les rapports des FAER 1 46 03 3, 4, 5 et 6 [Loos. 1993, 1994, 1995, 1996].

Aux échéances choisies, les flacons sont refroidis sous un courant d'eau froide pendant 15 minutes, puis la silice solubilisée est dosée, soit par potentiométrie, soit par colorimétrie du complexe silicomolybdique à 400 nm.

²² Thèse de Jérôme Lombardi, dans le cadre d'une collaboration avec l'Université Paris-Sud.

²³ G. Loos (Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées de Strasbourg)

RÉCAPITULATIF DU PLAN D'EXPÉRIENCE

Indépendamment d'études effectuées en dehors du milieu béton :

- étude de la cinétique de solubilisation en milieu alcalin de la silice des granulats réactifs employés dans les formulations de bétons utilisés pour les autres essais,
- étude de la cinétique globale de l'alcali-réaction sur de l'opale de St Pierre Eynac, immergée dans une solution de type "solution interstitielle",

le plan d'expérience est principalement constitué par une campagne d'essais sur éprouvettes de bétons :

- Les essais de gonflement sont conduits à trois températures : **23, 38 et 60°C**.
- Ils sont réalisés essentiellement en **atmosphère saturée** ou au contraire **sans apport d'eau extérieur** (utilisation d'un film protecteur de plastique et d'aluminium). Certains essais combinent ces deux conditions **en alternance**. Quelques éprouvettes sont conservées en **immersion dans l'eau**.
- Les éprouvettes sont conservées soit dans des **réacteurs normalisés** soit dans des **enceintes régulées** conçues à cet effet.
- Les essais de gonflement sont **libres** ou **sous contrainte** (compression uniaxiales de 5, 10 ou 20 MPa).
- La principale formulation de béton ordinaire est composée de sable et de gravillons calcaires du **Tournaisis**, d'un ciment CPA 55R très riche en alcalin ($\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 1,13\%$), et d'eau du robinet enrichie en potasse de façon à obtenir une valeur de $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ de 1,25%. Du calcaire réactif de **Spratt** a également été utilisé. Les gravillons non réactifs sont des calcaires du **Boulonnais** de même caractéristiques mécaniques que les calcaires réactifs. Les éprouvettes réalisées avec ces matériaux servent de témoin pour les essais de gonflement libre et sous contrainte, ainsi que pour les essais mécaniques.
- Au cours de la vie des éprouvettes, on mesure :
 - leur **expansion longitudinale** par mesures externes et, dans certains cas, par mesures internes,
 - leur **expansion transversale** (pour certaines d'entre elles seulement),
 - leur **poids**, avant et après chaque mesure.
- Des éprouvettes sont prélevées à échéances prédéterminées. On effectue alors le relevé de leur **fissuration** avant de les soumettre à certains des essais destructifs suivants :
 - essais mécaniques en **compression** ou en **fendage**,
 - observations au **microscope électronique à balayage**,
 - mise en évidence des produits d'alcali-réaction par **fluorescence**,
 - mesure de **porosité**,
 - **analyses chimiques et thermiques**.

PRÉLIMINAIRE

Nous avons abordé la modélisation du comportement d'un béton atteint d'alcali-réaction en adoptant des hypothèses simplificatrices fortes. Cette approche met en évidence les réponses expérimentales nécessaires pour affiner ou réorienter la modélisation, en la fondant sur des hypothèses fiables.

Les chapitres suivants visent à apporter ces réponses, en traitant successivement les sujets suivants :

- évolution des caractéristiques mécaniques
- anisotropie du gonflement libre et effet de la porosité,
- rôle de l'eau,
- influence de la température, quantification de l'avancement de l'alcali-réaction
- effet des contraintes.

À la lumière de ces résultats, nous avons pu proposer une modélisation décrivant, à partir de trois paramètres fondamentaux, le comportement en gonflement libre d'un béton atteint d'alcali-réaction.

CHAPITRE IV : ÉVOLUTION DES CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES

La littérature sur ce sujet est très abondante, mais elle fournit des résultats extrêmement variés. Il nous a donc paru important de réaliser un suivi dans le temps des caractéristiques mécaniques de nos éprouvettes. Ceci constitue un ensemble de données aussi complet que possible et, par ailleurs, le grand nombre d'échantillons nécessaires à ces essais destructifs permet une analyse plus approfondie des autres paramètres de cette expérimentation.

Nous présenterons dans ce chapitre une rapide étude bibliographique, avant de montrer les résultats que nous avons obtenus sur l'évolution des résistances en compression et en fendage, du module d'Young, des courbes contrainte-déformation et du coefficient de poisson d'un béton réactif, par comparaison à un béton "témoin".

A. ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

Cette analyse ne cherche pas à être exhaustive. Elle est destinée à donner un aperçu des résultats de la littérature.

Quatre principales approches sont généralement utilisées pour étudier l'influence de l'alcali-réaction sur les propriétés mécaniques du béton :

- 1) essais de laboratoire sur éprouvettes,
- 2) essais de laboratoire sur structures (généralement des poutres),
- 3) détermination des caractéristiques mécaniques à partir de carottes extraites d'une structure, puis recalcul de cette structure,
- 4) épreuves de chargements sur ouvrage.

Les deux premières méthodes posent la question de la représentativité des essais en laboratoire. La troisième s'est déjà souvent avérée infructueuse, conduisant à des résultats beaucoup trop pessimistes [Hoobs. 1990]. La dernière est coûteuse, difficile à mettre en oeuvre et ne présage en rien de l'évolution de la structure. Elle présente par contre l'avantage de faire un état des lieux complet.

Nous allons aborder brièvement ces quatre points, en regroupant les deux derniers, qui permettent de conclure sur le lien entre les essais de laboratoire et les ouvrages.

I. Résultats d'essais de laboratoire sur éprouvettes

Le japonais Abe a observé l'évolution temporelle de la résistance en compression d'éprouvettes de béton [Abe et al. 1989]. Après 167 jours, la chute était de 28% ; après 513 jours, elle n'était que de 23%. Sur des carottes extraites d'une poutre coulée avec le même béton, la résistance en compression avait **augmenté** de 9%.

Pour l'équipe québécoise de l'université Laval [Pleau et al. 1989], les pertes par rapport à un béton sain sont de :

- 45%, pour la résistance, en compression comme en traction,
- 60% pour le module d'Young¹.

Une étude menée par Inoue (Japon) [Inoue et al. 1989] sur des éprouvettes cylindriques de 10 cm de diamètre et de 20 cm de hauteur, comparant un béton réactif et un béton témoin a révélé, au bout de 178 jours de cure accélérée à 40°C, 100% d'humidité relative, des baisses par rapport au béton sain de :

- 64% pour la résistance en compression,
- 59% pour la résistance en traction,
- 48 % pour le module d'Young.

¹ mesures faites sur des cylindres de 15 cm de diamètre et 30 cm de hauteur

L'équipe de Ohno (Japon) a comparé les résultats d'un béton réactif et d'un béton non réactif sur des éprouvettes conservées sous les conditions climatiques du Japon [Ohno et al. 1989]. Pour la résistance en compression, les résultats sont les suivants :

- À 28 jours, la résistance du béton réactif est supérieure de 113% à celle du béton non réactif.
- Au bout de 17 mois, elle lui est inférieure de 13%.
- Après 45 mois, la comparaison a été faite sur des carottes extraites de poutres en béton armé. La résistance du béton réactif est inférieure de 49% à celle du béton non réactif.

Pour le module d'Young :

- À 28 jours, le module du béton réactif est inférieur de 18% à celui du béton non réactif.
- À 17 mois, il l'est de 57%.
- À 45 mois, l'écart est de 73% (comparaison entre carottages).

Selon Swamy (Angleterre) [Swamy. 1989], pour un béton dont le gonflement libre longitudinal est compris entre 0,5 et 1,5%², les chutes des caractéristiques mécaniques sont de l'ordre de :

- 40 à 60% pour la résistance en compression,
- 65 à 80% pour la résistance en traction
- 60 à 80% pour le module d'Young.

Ces chutes très sévères nous paraissent provenir du choix du granulats réactif, qui s'est porté sur de la silice fondue. D'une part, les déformations obtenues sont nettement supérieures à ce que l'on mesure généralement sur béton, aussi bien sur éprouvettes que sur structures ; d'autre part, la silice fondue est vraisemblablement entièrement dissoute par les alcalins, alors que, dans le cas d'un granulats calcaire contenant de la silice réactive, la solubilisation de cette silice ne détruit pas le squelette du granulats.

Swamy et Al-Asali montrent par ailleurs, par des mesures de vitesse du son que la surface et le coeur du béton sont affectés de la même façon par l'alcali-réaction, même si la surface présente une fissuration visible à l'oeil nu alors qu'aucune fissuration n'est observable au coeur [Swamy & Al-Asali. 1986].

D'après Nixon & Bollinghaus, la résistance en traction (mesurée en exerçant une pression axisymétrique au moyen d'un fluide injecté entre l'éprouvette nue et un cylindre métallique) est divisée par un facteur supérieur à 3, alors que l'expansion du béton n'a pas dépassé 0,02% mais d'après l'auteur même de cette méthode d'essai, les résultats obtenus ne doivent pas être considérés comme des caractéristiques intrinsèques du béton [Clayton. 1978]. Cette méthode est en effet extrêmement sensible à la microfissuration. On peut donc essentiellement en conclure que les éprouvettes sont microfissurées dès que le gonflement atteint 0,02%, ce qui est rapidement le cas pour des bétons atteints d'alcali-réaction et soumis à des essais accélérés.

² à comparer à la valeur moyenne de 0,2% du gonflement libre longitudinal de nos éprouvettes en enceinte humide.

Pour de nombreux auteurs – dont Blight, Swamy & Al-Asali, Wood, Nixon & Bollinghaus, Clark & Ng – la résistance à la traction diminue plus sensiblement que la résistance en compression. Pour d'autres – dont Bérubé, Carles-Gibergues et Hoobs – le rapport résistance en traction sur résistance en compression reste constant (de l'ordre de 0,1).

Le tableau suivant illustre les différences d'évolution des caractéristiques mécaniques selon un document publié par l'Institution of Structural Engineers [ISE. 1992]. Les coefficients de réduction des caractéristiques mécaniques d'un béton atteint d'alcali-réaction par rapport à un béton sain ne sont pas les mêmes pour les résistances en compression et en traction (mesurée par fendage).

Caractéristique mécanique d'un béton	Valeurs du gonflement libre du béton (%)				
	0,05	0,1	0,25	0,5	1
Résistance en compression (sur cylindre)	0,95	0,80	0,60	0,60	–
Résistance en traction (par fendage)	0,85	0,75	0,55	0,40	–
Module de déformation	1	0,70	0,50	0,35	0,30

Tableau IV. 1 : Évolution des caractéristiques mécaniques en fonction des déformations d'un béton réactif (d'après [ISE. 1992])

Certaines études concluent à des chutes de résistance beaucoup moins importantes. Rigden, Majlesi et Burley, sur un béton très réactif (expansion libre de 1,8%) et contenant 15% de silice fondue en remplacement du granulats réactif, ne mentionnent qu'une chute de résistance en compression d'environ 7% après près de 2 ans de conservation en humidité à 38°C. D'autres bétons placés dans les mêmes conditions expérimentales – et toujours très réactifs (expansion libre de 0,9%) – présentaient des augmentations de résistance en compression de plus de 10%. Ces auteurs posent le réel problème du choix des formulations témoins [Rigden et al. 1995]. De fait, les résistances en compression de bétons atteints d'alcali-réaction sont souvent comparées aux valeurs mesurées sur un béton non réactif, sans que l'on ait toujours les moyens de juger si la comparaison est pertinente³.

II. Résultats d'essais de laboratoire sur poutres

La relation entre les fortes chutes de résistance et de module mesurées sur certaines éprouvettes des études précédentes et les constatations faites à l'échelle des structures est délicate. En effet, pratiquement aucun auteur ne rapporte des pertes de capacités portantes d'une ampleur comparable pour des structures, bien au contraire [Raphaël et al. 1989].

³ En particulier, l'ajout de soude ou de potasse à l'eau de gâchages modifie les résistances du béton et on ne peut théoriquement pas comparer un béton dopé en alcalins à un béton non dopé.

Un des rares contre-exemples réside dans une étude de Swamy, qui utilisait à nouveau, comme granulats réactifs, de l'opale et de la silice fondue. Ces résultats nous paraissent souligner l'importance du choix des granulats pour qu'un béton de laboratoire, utilisé pour des essais accélérés, soit représentatif d'un béton d'ouvrage [Swamy. 1988].

Une étude de Chana et Korobokis sur des poutres réactives a montré que, quand le ferrailage comprend des étriers d'effort tranchant, l'alcali-réaction ne diminue pas la résistance à l'effort tranchant⁴. Les auteurs mettent l'accent sur la forte dispersion des résultats et la nécessité de répéter plusieurs fois le même essai [Chana & Korobokis. 1991].

Cope et Slade ne mettent pas non plus en évidence de chutes de la résistance à l'effort tranchant de poutres en béton armé [Cope & Slade. 1990]. Par contre, selon Clayton, Currie et Moss, cette chute se produit avant même que des signes extérieurs d'alcali-réaction ne soient détectables et elle est de l'ordre de 20%, puis, lorsque l'expansion se poursuit, les poutres retrouvent leur capacité initiale. Selon ces auteurs, pour des poutres précontraintes, aucune modification de la résistance à la flexion ne se produit [Clayton et al. 1990].

Fujii, Kobayashi, Kojima et Maehara trouvent également que la capacité portante sous chargement statique des poutres atteintes d'alcali-réaction ne diminue pas, pas plus que leur durée de vie en fatigue [Fujii et al. 1986]. Ils évaluent entre 2 et 4 MPa les contraintes de compression induite dans le béton par la mise en traction des armatures lors du gonflement du béton par alcali-réaction. Cette valeur est en bon accord avec les valeurs proposées par d'autres auteurs (voir par exemple [Chana & Korobokis. 1991]).

Clark met en évidence les "bonnes prestations mécaniques" de poutres en béton réactif, à travers une étude bibliographique approfondie [Clark. 1989]. Par exemple, les résultats de l'université de Kyoto montrent que les flèches de poutres réactives et non réactives sont les mêmes, alors que le module d'Young a chuté de 66 % sur des éprouvettes de même composition. La charge de rupture des poutres n'est pas affectée. D'autres résultats sont présentés en détail et montrent que l'alcali-réaction ne détériore pas les performances mécaniques de poutres. Elle augmente même leur résistance à l'effort tranchant, suite à l'effet de mise en précontrainte des armatures par le gonflement du béton. La rigidité des poutres testées n'a montré aucun signe de faiblesse.

Les conclusions de l'analyse bibliographique de Clark sont que :

- Les fissures de flexion et d'effort tranchant consécutives à un chargement mécanique se produisent en moins grand nombre et pour des niveaux de chargements plus élevés que pour un béton "sain".
- La rigidité en flexion n'est pas diminuée.
- Une rupture par effort tranchant est moins probable que pour un béton "sain".
- Les charges de rupture sous chargement statique varient entre 0,93 et 1,47 fois celle de poutres témoins sans alcali-réaction.
- La durée de vie en fatigue est augmentée.

⁴ Des poutres sans armature transversale ont également été étudiées et étaient légèrement moins résistantes que des poutres de même caractéristiques géométriques utilisées comme témoins, mais les auteurs ne quantifient pas cet écart, à cause de la forte dispersion de leurs résultats.

III. Étude de structures existantes

Selon McLeish [McLeish. 1990], en fonction du gonflement du béton, on peut attendre deux types de comportement d'une structure atteinte d'alcali-réaction:

- jusqu'à des expansions de l'ordre de 0,12 à 0,15%, le gonflement met en traction les armatures et a le même effet qu'une précontrainte. Les capacités portantes de la structure ne sont pas modifiées.
- Au-delà, les armatures dépassent leur limite élastique, entrent dans le domaine plastique, et peuvent aller jusqu'à la rupture par striction. Ceci a déjà été observé en France sur un pont, de même que l'apparition de déformations irréversibles.

Un important ouvrage routier à deux niveaux, formé d'un cadre superposé à un portique, a été soumis à des essais de chargement. Malgré une détérioration en apparence très avancée, les conséquences de l'alcali-réaction sont moins importantes que prévu. En particulier, dans l'angle le plus détérioré du cadre supérieur, l'hypothèse d'encastrement du hourdis sur le piédroit est vérifiée lors des essais de chargement. Les déformations de la structure ont été correctement retrouvées à l'aide d'un calcul par élément finis, en considérant que le module d'Young avait chuté de 44 à 62% suivant les parties de la structure. Ces valeurs correspondaient aux mesures réalisées sur carottes [Blight & al. 1983].

Le même ouvrage a été évalué de la même façon six ans plus tard. Les résultats montrent que, pendant cette période, la détérioration de l'ouvrage a été quasiment indécélable, étant donnée la précision des mesures [Blight et al. 1989].

Selon Braestrup et Holm, les calculs prenant en compte les valeurs des résistances mesurées sur des carottages conduisent généralement à des estimations trop pessimistes de l'état de la structure [Braestrup & Holm. 1989].

D'autres auteurs insistent également sur le fait que l'on ne retrouve pas sur ouvrages réels les chutes de caractéristiques mécaniques mises en évidence par des essais accélérés sur éprouvettes [Imai et al. 1996], [Jones et al. 1994], [Léger et al. 1996].

Nielsen insiste beaucoup sur l'importance de l'état initial de fissuration d'une structure. Une fissuration due à tout autre phénomène que l'alcali-réaction – par exemple une mauvaise mise en place du béton, une reprise de bétonnage, des contraintes d'origine thermique, etc. – va d'une part diminuer la résistance en traction du béton, d'autre part faciliter localement la migration de l'eau. Alors même que les fissures sont encore invisibles à l'oeil nu, la couche périphérique du béton va gonfler, grâce aux apports d'eau extérieurs, mettant en compression la peau du béton et en traction le coeur. Les fissures restent invisibles, mais, petit à petit, l'eau va progresser vers l'intérieur du béton. Ce dernier va gonfler à son tour et l'état de contrainte va s'inverser, le coeur sera en compression et la peau en traction, les fissures vont alors apparaître et s'ouvrir progressivement, jusqu'à ce que le gonflement maximal soit atteint. Une fois cet état atteint, plus rien ne se produira [Nielsen A. 1983].

Pour Nielsen, les ouvrages où ne préexistent pas de fissures ne subiront aucun endommagement consécutif à l'alcali-réaction, leur durée de vie ne sera pas modifiée. Les ouvrages déjà fissurés fissureront davantage, mais leur capacité portante ne diminuera pas. Par contre, suite à la fissuration produite par l'alcali-réaction, d'autres pathologies pourront survenir – corrosion, gel-dégel, carbonatation, etc.

Si la première partie de l'analyse de Nielsen paraît tout à fait logique, ses conclusions paraissent exagérées. Rien ne peut permettre d'affirmer qu'un ouvrage non préalablement fissuré ne subira pas de dommage dû à l'alcali-réaction, et d'ailleurs, existe-t-il des ouvrages en béton non fissurés ? Par contre, il est vrai que, au moins en France, toutes les structures atteintes d'alcali-réaction qui ont été démolies présentaient d'autres défauts majeurs [Godart. 1993].

IV. Conclusions de l'analyse bibliographique

Le bilan des différentes données bibliographiques est contrasté. Un certain consensus semble se dessiner, dans le sens de fortes diminutions des résistances mécaniques, et plus encore des modules mesurés sur éprouvettes de laboratoire. Ces chutes ne se retrouvent ni sur des poutres soumises à des essais accélérés, ni sur structure, exception faite – mais dans certains cas seulement – pour le module. Ceci remet donc en cause la représentativité des essais de laboratoire qui conduisent à des pertes de caractéristiques très éloignées de ce qui est observé sur le terrain.

En conclusion, vu la disparité et les nombreuses contradictions des résultats de la littérature, il nous a semblé important de tester les performances mécaniques des éprouvettes que nous avons utilisées pour tous les autres essais.

B. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Les modes opératoires ont été présentés dans le paragraphe E. IV du troisième chapitre, page 83.

I. Résistance en compression

La résistance en compression après 28 jours de conservation en piscine à 20°C a été mesurée sur quatre cylindres $\Phi 11H22$. Elle est de $45,8 \pm 1$ MPa pour la formulation réactive TT et de $39,7 \pm 1,35$ MPa pour la formulation non réactive BB.

Les essais de suivi de l'évolution des résistances en compression après conservation en enceinte humide à 38°C ont été réalisés sur des cylindres $\Phi 13H24$. Ils ont été réalisés à environ 20°C, 24 heures après la sortie des éprouvettes de leur lieu de stockage. Les éprouvettes ont été rectifiées, ce qui est l'une des meilleures techniques connues pour la qualité des essais de compression [Boulay et al. 1992].

Par rapport aux essais de compression "classiques", c'est-à-dire sur cylindres $\Phi 16H32$, les valeurs obtenues sur nos éprouvettes $\Phi 13H24$ sont "un peu supérieures et un peu plus dispersées" [De Larrard et al. 1988].

Les résultats sont représentés sur le graphe suivant.

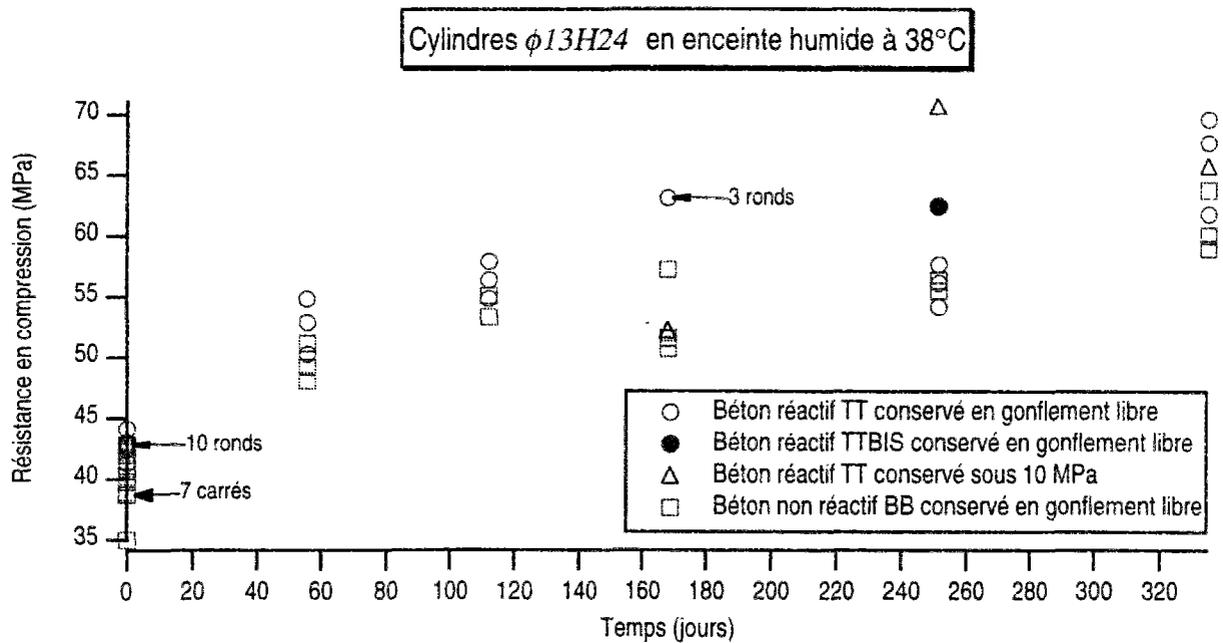


Fig. IV. 1 : Comparaison des résistances en compression de bétons réactif et non réactif

On constate sur le graphe IV. 1 qu'aucune chute de résistance en compression n'est mise en évidence. Au contraire, les résistances augmentent pour les deux types de bétons, grâce à la poursuite de l'hydratation du ciment dans les conditions chaudes et humides des essais.

Après conservation sous une contrainte uniaxiale de 10 MPa, les valeurs des résistances en compression ne diminuent pas non plus (marqueurs triangles).

Pour des échéances encore plus élevées, toujours après conservation en enceinte humide, la résistance continue à augmenter, aussi bien pour les éprouvettes réactives que non réactives. Le tableau suivant récapitule tous les résultats :

temps (j)	Béton réactif				Béton non réactif	
	R_c moyen	σ_{Rc}	ϵ_{moyen}	σ_{ϵ}	R_c moyen	σ_{Rc}
0	42,8	0,7	0	0	39,8	2,3
56	52,6	2,3	0,049	0,008	56,0	1,5
112	56,2	1,5	0,147	0,015	53,9	1,1
168	63,0	0,1	0,151	0,026	53,1	3,5
252	57,6	3,5	0,149	0,025	55,8	0,6
336	66,3	4,0	0,202	0,032	60,8	2,5
546	72,8	0,5	0,225	0,007		
658	73,1	1 ép.	0,290	1 ép.		
680					67,3	1 ép.

Tableau IV. 2 : Résistances en compression moyennes d'éprouvettes réactives et non réactives en enceinte humide

Le tableau IV. 2 montre que, dès la première échéance ($j = 0$, après les 15 jours de cure sous aluminium), la résistance en compression du béton réactif (formulation TT) est légèrement supérieure à celle du béton non réactif (7,5%). Ceci est dû à la plus grande finesse du sable réactif que nous avons utilisé. Au fil du temps, cet écart s'accroît malgré les gonflements importants des éprouvettes réactives (jusqu'à 0,29%).

Sur le graphe suivant, pour toutes les éprouvettes précédentes et quelques autres conservées dans l'eau à 33°C, nous avons représenté la valeur de la résistance en compression en fonction du gonflement longitudinal au moment de l'essai de compression.

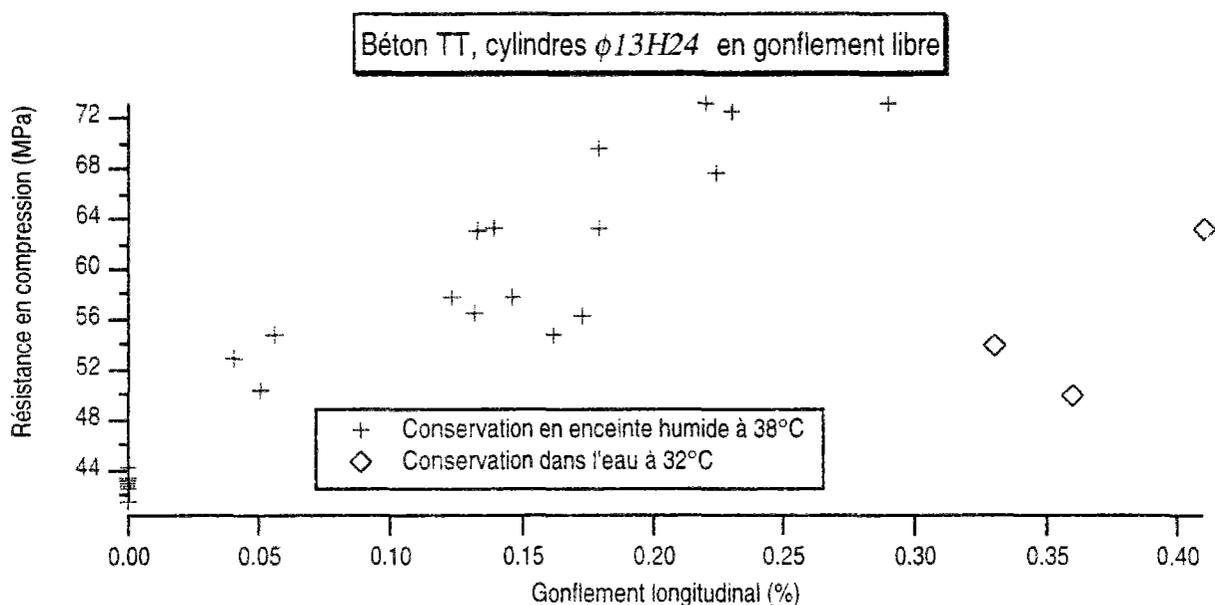


Fig. IV. 2 : Influence du gonflement et des conditions de conservation sur la résistance en compression

Nous constatons sur le graphe IV. 2 que la résistance des éprouvettes conservées en humidité augmente puis se stabilise, malgré la progression des déformations. Par contre, les éprouvettes conservées dans l'eau voient leur résistance chuter de 10 à 24 MPa, même lorsque leur gonflement est à peine supérieur à celui de certaines éprouvettes en enceinte humide.

Cette chute de la résistance ne peut pas être imputée entièrement à l'alcali-réaction elle-même, mais elle provient de la conservation dans l'eau des éprouvettes. En effet, des éprouvettes non atteintes d'alcali-réaction présentent exactement le même phénomène [Pihlajavaara. 1974], [Neville. 1981]. Ceci pourrait expliquer que de nombreuses publications mentionnent des chutes de résistance sur éprouvettes que l'on ne retrouve pas sur structures.

II. Module d'Young

1. Précision de la mesure

Les mesures de module d'Young ont été réalisées à l'aide d'un extensomètre J2P. Nous avons évalué la précision de la méthode par comparaison avec la mesure par jauges collées. Le graphe suivant montre les résultats.

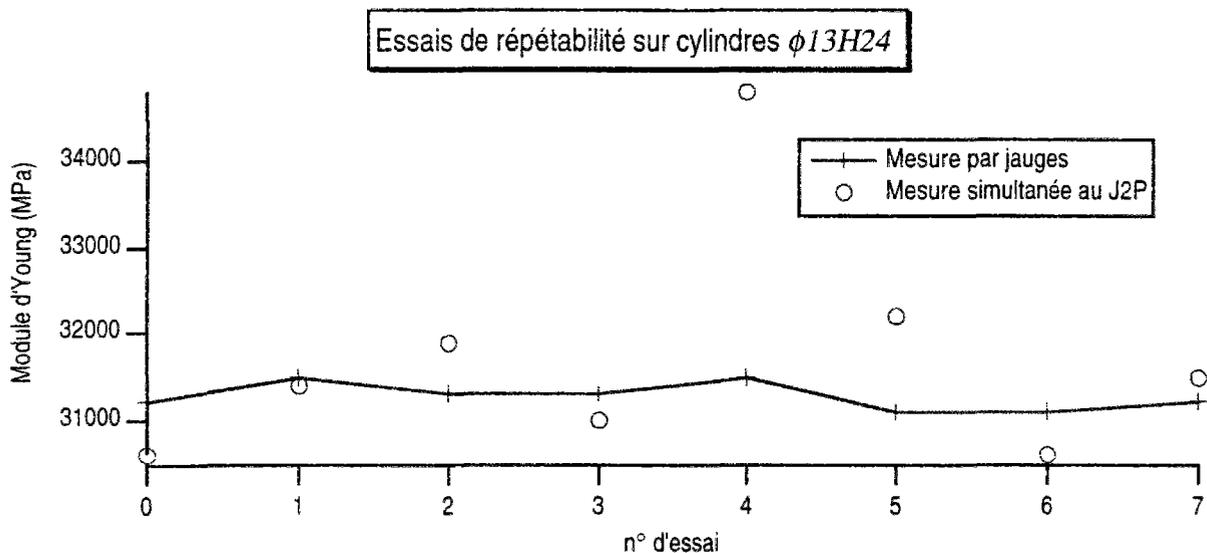


Fig. IV. 3 : Comparaison des mesures de module d'Young par extensomètre J2P et jauges collées

Sur des cylindres $\Phi 13H24$, les mesures par jauges sont beaucoup plus répétables que les mesures par J2P (écart-type : ± 158 MPa et $\pm 1\,360$ MPa, respectivement). L'extensomètre J2P présente un risque non négligeable de mesure "aberrante" (plus de 10% d'erreur par rapport au module moyen mesuré par jauges lors de l'essai n°4). Toutefois, à condition de doubler systématiquement les mesures par J2P (démontage et remontage complet) et de ne les valider que si la différence entre les deux mesures est raisonnable, on pourrait exclure le point aberrant du calcul de l'écart-type et obtenir alors une valeur de ± 618 MPa.

Sur les graphes suivants, nous figurerons une barre d'incertitude "à 95%" de largeur $\pm 1,96 \times 1\,360$ MPa car nos mesures n'ont pas été doublées.

2. Résultats

Le module d'Young après 28 jours de conservation en piscine à 20°C a été mesurée sur les quatre cylindres $\Phi 11H22$ des essais de compression. Il est de $57\,500 \pm 5\,566$ MPa pour la formulation réactive TT et de $60\,650 \pm 1\,338$ MPa pour la formulation non réactive BB.

Sur les éprouvettes des essais de compression précédents, nous avons préalablement déterminé les valeurs du module d'Young. Les résultats sont présentés ci-après.

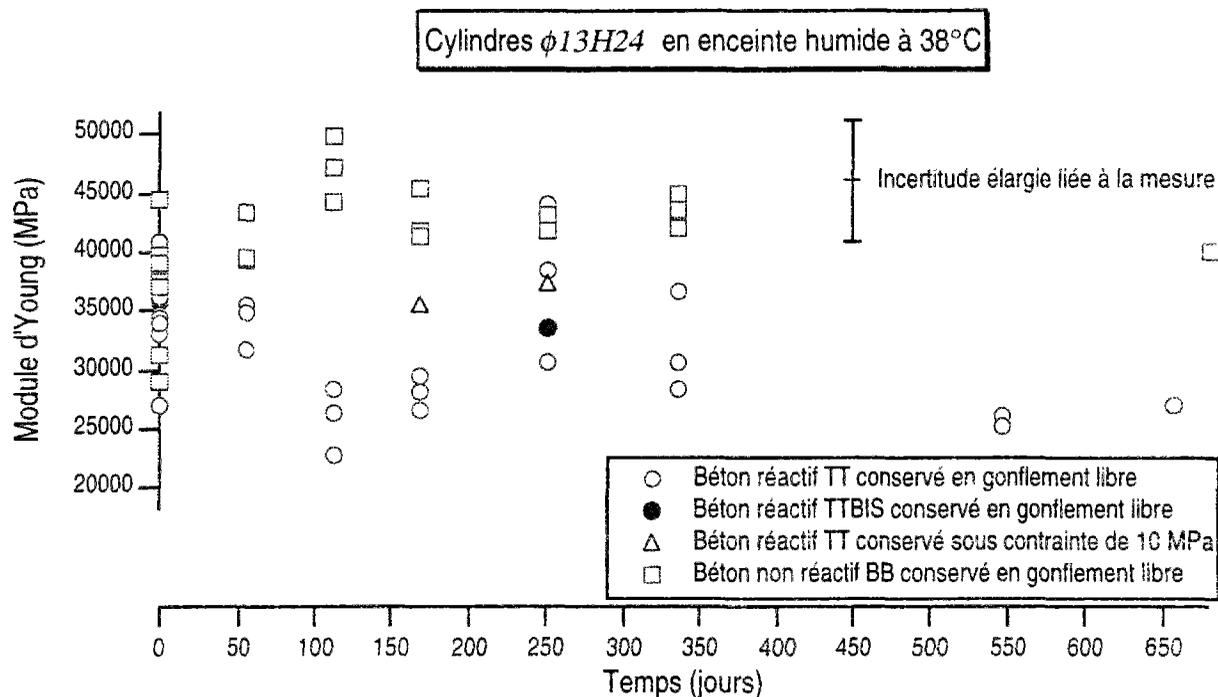


Fig. IV. 4 : Comparaison des modules d'Young de bétons réactif et non réactif

temps (j)	Béton réactif				Béton non réactif	
	E_{moyen}	σ_E	ϵ_{moyen}	σ_ϵ	E_{moyen}	σ_E
0	34536	4383	0,000	0	37275	4979
56	34033	2136	0,049	0,008	40767	2196
112	25767	2775	0,147	0,015	47033	2801
168	28033	1401	0,151	0,026	42867	2203
252	36600	5939	0,149	0,025	42500	990
336	31833	4285	0,202	0,032	43533	1450
546	25600	566	0,225	0,007		
658	27000		0,29			
680					40100	

Tableau IV. 3 : Modules d'Young moyens d'éprouvettes réactives et non réactives en enceinte humide

Contrairement à la résistance en compression, on met en évidence une diminution notable du module d'Young des éprouvettes réactives. Il est inférieur d'environ 25% au module initial du béton de même composition et de 35 à 45% (exceptionnellement) au module d'une éprouvette non réactive de même âge. Cette chute est inférieure aux valeurs souvent mentionnées dans la littérature sur des éprouvettes en essais accélérés.

On remarque également sur le graphe IV. 4 que les éprouvettes conservées sous une contrainte uniaxiale de compression de 10 MPa (marqueurs triangles) ne présentent pas de chute aussi importante que les éprouvettes conservées en gonflement libre. Leur module, après 168 et 252 jours d'essai sous contrainte reste légèrement supérieur au module initial moyen des éprouvettes de même composition. Ceci est logique, car leur fissuration est exclusivement verticale (voir chapitre IX : "EFFET DES CONTRAINTES", page 192 et annexe 4 : FISSURATION), alors que celle des éprouvettes en gonflement libre est à dominante transversale. Il est toutefois inférieur de 12 à 17% à celui d'éprouvettes non réactives du même âge.

Ceci confirme que la chute du module est due à la fissuration provoquée par l'alcali-réaction.

Sur le graphe IV. 4, Chaque marqueur correspond à une éprouvette. Nous avons par ailleurs suivi l'évolution au cours du temps du module de deux éprouvettes conservées en enceinte humide. Les résultats sont présentés sur le graphe suivant.

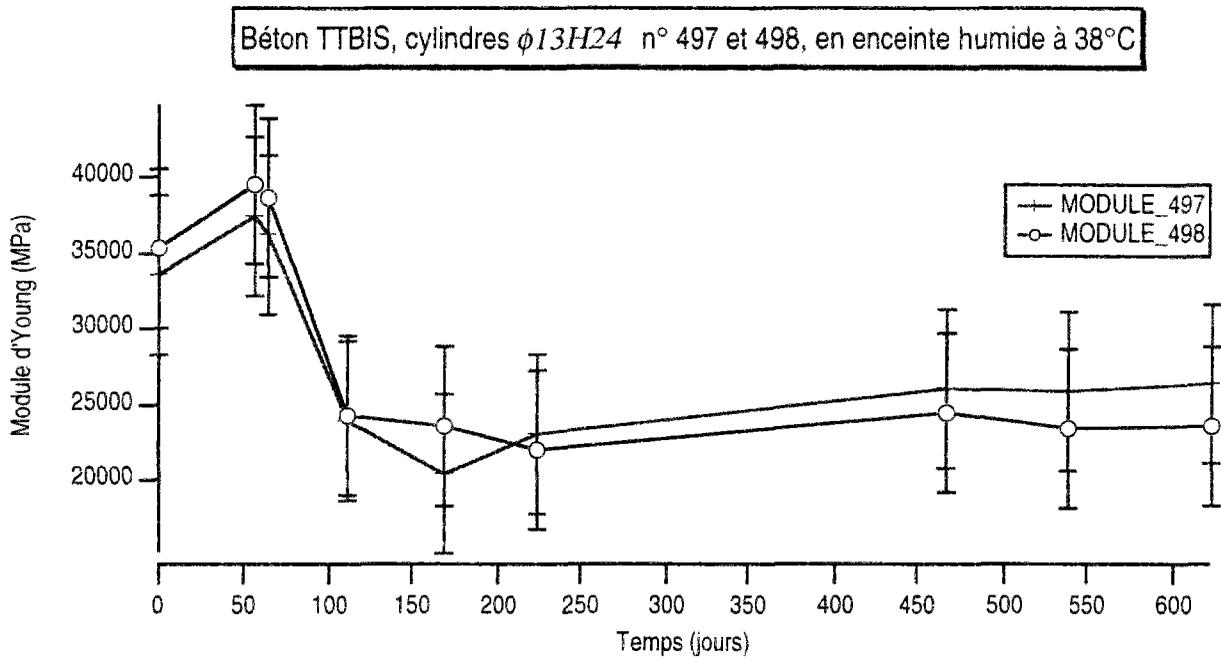


Fig. IV. 5 : Évolution du module d'Young de deux éprouvettes conservées en enceinte humide

On retrouve une chute de module comparable aux résultats précédents (22 et 35%). Cette chute est rapide, elle débute entre 56 et 63 jours, ce qui confirme la tendance du graphe IV. 4.

Nous avons également représenté l'évolution du module d'Young en fonction du gonflement du matériau, pour les éprouvettes en enceinte humide et dans l'eau.

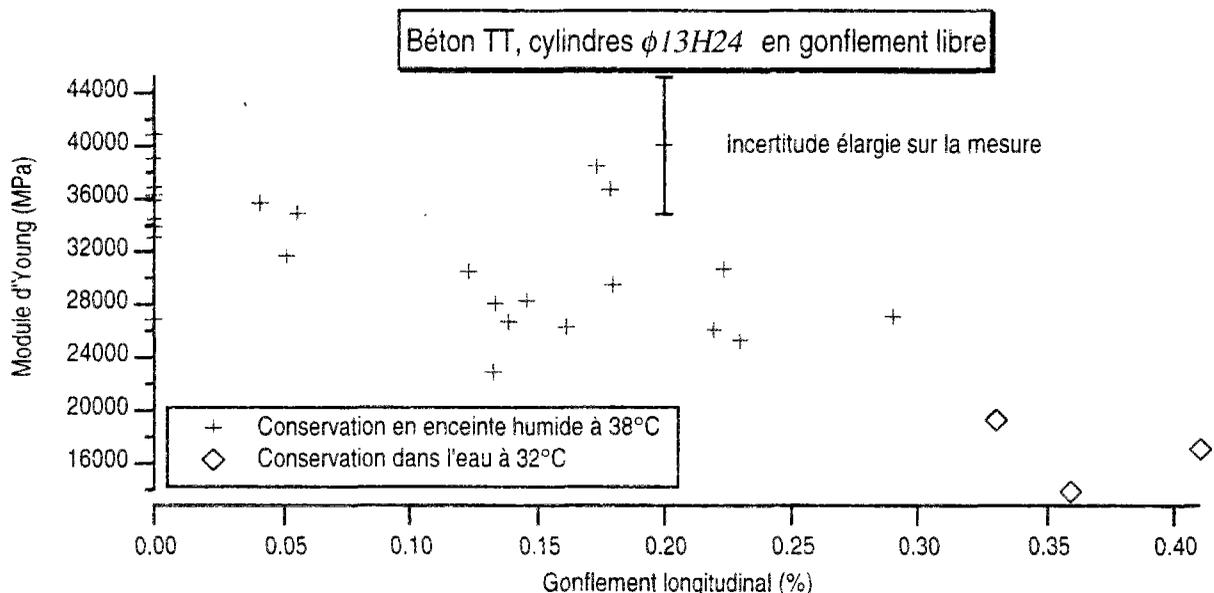


Fig. IV. 6 : Influence du gonflement et des conditions de conservation sur le module d'Young

Comme pour la résistance en compression (voir p. 96), on trouve que les chutes de module sont beaucoup plus importantes lorsque les éprouvettes sont conservées dans l'eau. On atteint des valeurs de 14 000 MPa qui ne sont pas représentatives de l'effet de la seule alcali-réaction.

III. Courbes contrainte-déformation

Le module d'Young est évalué à partir de cycles de chargement entre 5 et 30% de la charge. Pour certaines éprouvettes, nous avons enregistré l'ensemble de la courbe contrainte-déformation, jusqu'à la rupture, de façon à connaître le comportement global du matériau.

Le graphe suivant montre les résultats obtenus pour des éprouvettes réactives et non réactives, avant et après alcali-réaction.

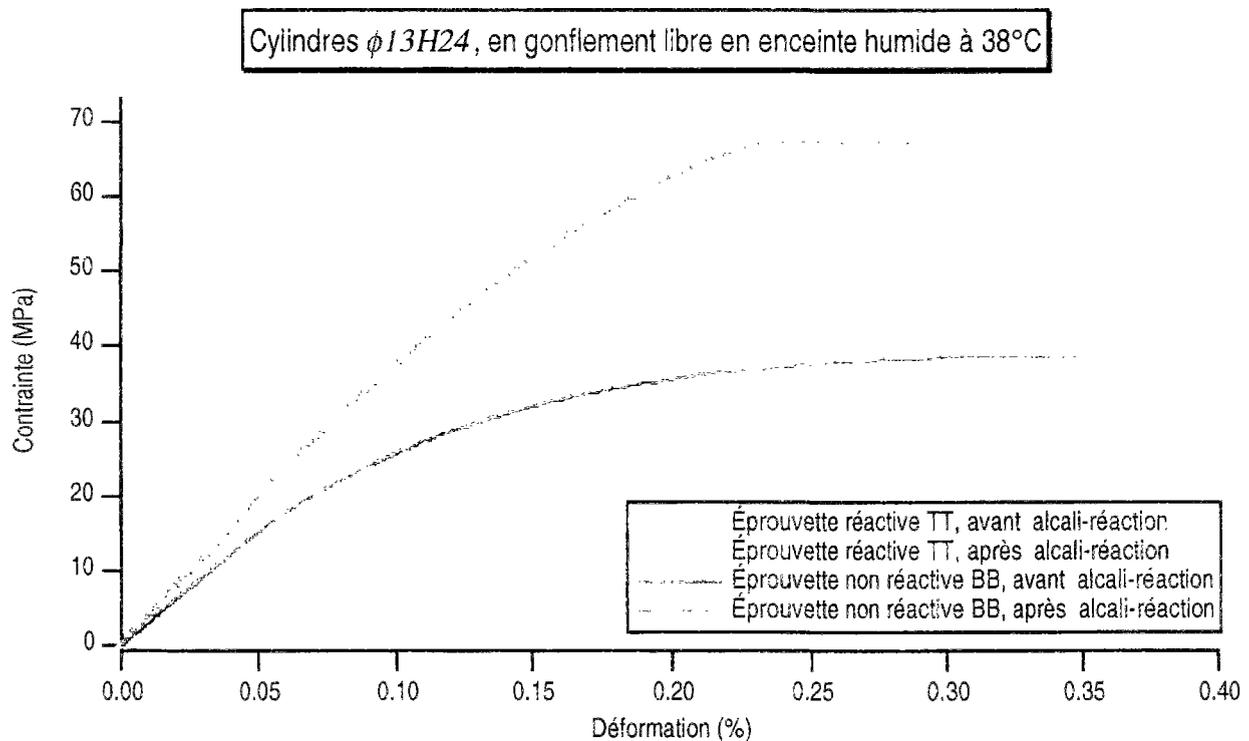


Fig. IV. 7 : Courbes contraintes déformations d'éprouvettes réactives et non réactives, avant et après alcali-réaction

On constate que l'hypothèse d'élasticité linéaire est valable dans un domaine encore plus large après alcali-réaction qu'avant, malgré la fissuration !

IV. Coefficient de Poisson

Pour certaines des éprouvettes précédentes, nous avons également déterminé le coefficient de Poisson, mais le principe de mesure par évaluation ponctuelle des déformations transversales conduit à des dispersions importantes. L'incertitude sur la mesure est de $\pm 0,04$ (barre d'incertitude élargie "à 95%") alors que les mesures par jauges donnent des résultats constants sur une même éprouvette.

Toutefois, pour des raisons à la fois financières et liées au plan de charge découlant de l'ensemble du programme expérimental, nous avons utilisé un extensomètre de ce type (J2P) car sa précision serait tout de même suffisante pour mettre en évidence un effet majeur de l'alcali-réaction sur le coefficient de Poisson.

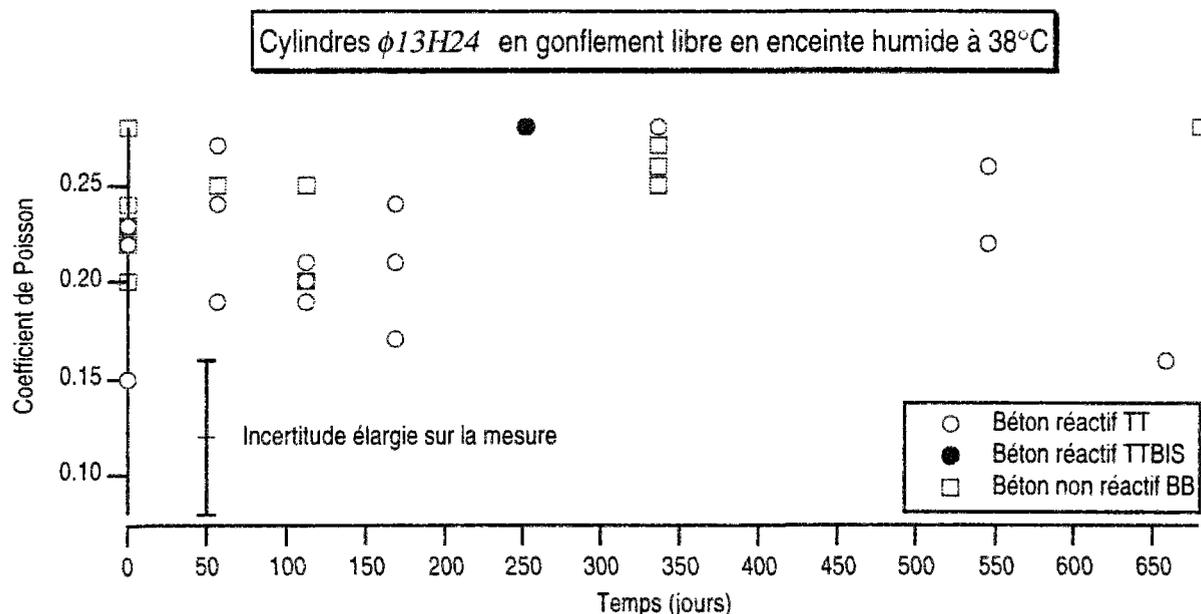


Fig. IV. 8 : Comparaison des coefficients de Poisson de bétons réactif et non réactif

Le graphe IV. 8 confirme que cette mesure est dispersée mais montre cependant que l'on peut considérer que ce coefficient est constant tout au long de la vie des éprouvettes et est égal à la valeur obtenue sur des éprouvettes non réactives.

La valeur moyenne du coefficient de Poisson est de $0,23 \pm 0,035$.

V. Résistance au fendage

Nous avons réalisé la mesure de la résistance au fendage de nos éprouvettes, même si cette dernière n'est pas directement assimilable à une résistance en traction, comme le souligne Clayton en considérant cet essai comme un essai de compression [Clayton. 1990].

Des essais de traction directe, très fortement dépendants de la fissuration des éprouvettes, donneraient des résultats impossibles à interpréter car on ne connaît pas la section réelle des éprouvettes soumises à l'essai après développement de l'alcali-réaction.

Un essai de torsion, tel que celui proposé par Norris, Wood et Barr [Norris et al. 1990] aurait peut-être été plus judicieux pour évaluer la dégradation du matériau. Pour des raisons pratiques, nous avons tout de même choisi de pratiquer l'essai "brésilien". Les résultats sont présentés ci-dessous.

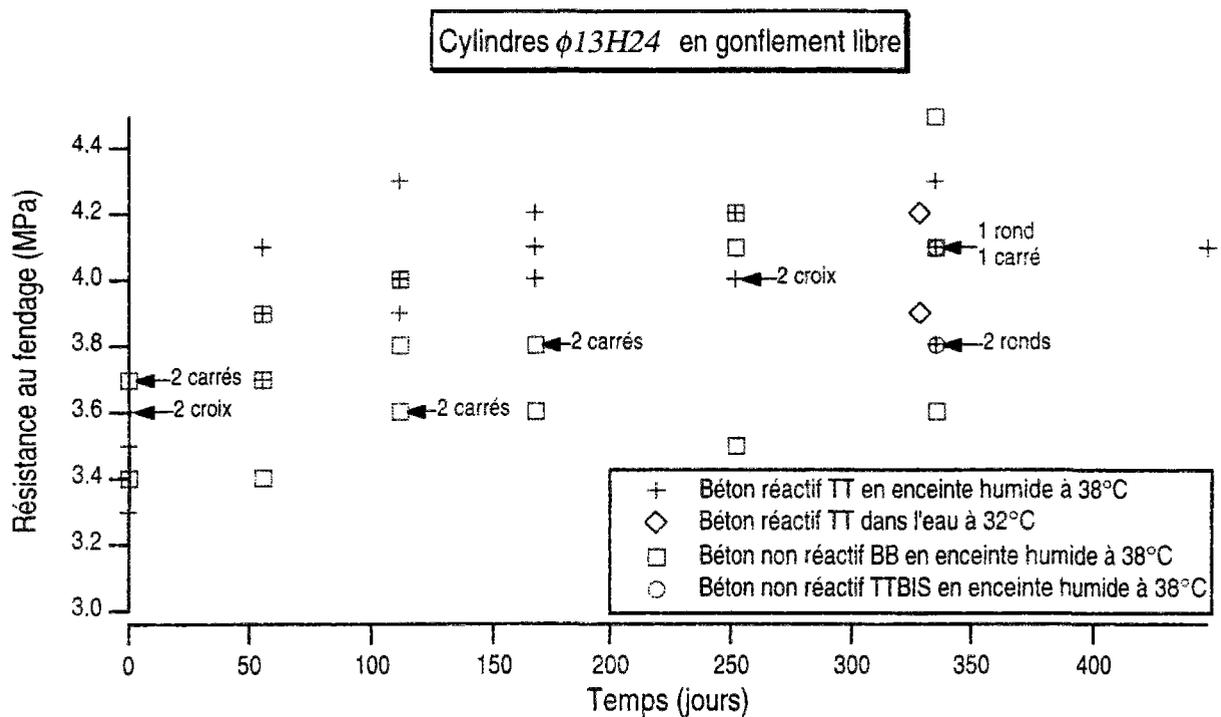


Fig. IV. 9 : Comparaison des résistances au fendage de bétons réactif et non réactif

temps (j)	Béton réactif				Béton non réactif	
	R_t moyen	σ_{Rt}	ϵ_{moyen}	σ_{ϵ}	R_t moyen	σ_{Rt}
0	3,5	0,1	0	0	3,6	0,2
56	3,9	0,2	0,033	0,015	3,7	0,2
112	4,1	0,2	0,133	0,015	3,7	0,2
168	4,1	0,1	0,090	0,071	3,7	0,1
252	4,1	0,1	0,187	0,012	3,9	0,4
336	4,1	0,2	0,175	0,021	4,0	0,2
448	4,1	1 ép.	0,240	1 ép.		

Tableau IV. 4 : Résistances moyennes au fendage d'éprouvettes réactives et non réactives en enceinte humide

Le graphe IV. 9 montre que l'alcali-réaction n'a provoqué aucune chute de la résistance au fendage de nos éprouvettes, malgré des déformations allant jusqu'à 0,24%.

Même les éprouvettes immergées dans l'eau (marqueurs losanges) garde une résistance d'environ 4 MPa.

Ces résultats sont a priori surprenants car vu les déformations atteintes et la fissuration des éprouvettes, il serait logique que la résistance en traction diminue. En fait, nous verrons que les fissures sont préférentiellement transversales (cf. page 114 et annexe 4 : FISSURATION). Elles diminuent donc peu la résistance au fendage.

C. CONCLUSIONS SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Seul le module d'Young diminue sensiblement à cause de l'alcali-réaction, d'environ 25% par rapport au module du même béton après deux semaines de cure sous aluminium. Cette diminution est rapide (2 mois en enceinte humide à 38°C). On retrouve en cela le même résultat que Pleau, Bérubé, Pigeon, Fournier et Raphaël [Pleau et al. 1989].

Les résistances en compression ne diminuent pas, même pour des déformations importantes. La conservation des éprouvettes en piscine conduit à des résistances et à des modules anormalement bas, suite à la lixiviation du béton.

L'évolution de la résistance en traction est plus difficile à appréhender. Son étude approfondie présente un intérêt limité car la modélisation que nous proposons n'a pas pour objectif la description de la fissuration. Nous noterons seulement que la résistance au fendage d'un béton réactif évolue de la même façon que celle d'un béton non réactif. Pour des carottes extraites d'une structure, l'orientation du prélèvement par rapport à la fissuration pourrait modifier ce résultat.

Le coefficient de Poisson demeure inchangé et l'hypothèse d'élasticité linéaire reste valable dans un domaine plus étendu après alcali-réaction qu'avant !

CHAPITRE V : ANISOTROPIE DU GONFLEMENT LIBRE, EFFET DE LA POROSITÉ

A. ANISOTROPIE DU GONFLEMENT LIBRE

Une hypothèse forte, que nous avons adoptée dans le modèle simplifié du chapitre II, consiste à considérer que les déformations consécutives à l'alcali-réaction sont isotropes lorsque les éprouvettes sont conservées en gonflement libre. Nous avons cherché à vérifier cette hypothèse.

Rappelons qu'une mesure des variations diamétrales d'un cylindre $\Phi 13H24$ est constituée de 6 mesures successives de 30 diamètres, répartis sur les 7 centimètres centraux de l'éprouvette à trois hauteurs et 10 positions angulaires (Chapitre III paragraphe C. 2, page 72). Pendant toute la durée d'une mesure (15 à 20 mn), l'éprouvette est à l'air libre dans la salle à 38°C et perd environ 4g.

Cette perte de poids durant la mesure n'est pas souhaitable. Aussi, nous n'avons pas mesuré systématiquement les variations diamétrales de toutes les éprouvettes en gonflement libre. Nous disposons toutefois de 36 éprouvettes de composition TT ou TT BIS conservées en enceinte humide à 38°C, de 10 éprouvettes identiques mais conservées à 23°C, et de 7 éprouvettes non réactives dans les mêmes conditions (4 à 38°C, 3 à 23°C).

I. Présentation des résultats

Nous présentons sur le graphe ci-dessous un résultat typique des éprouvettes en enceinte humide à 38°C.

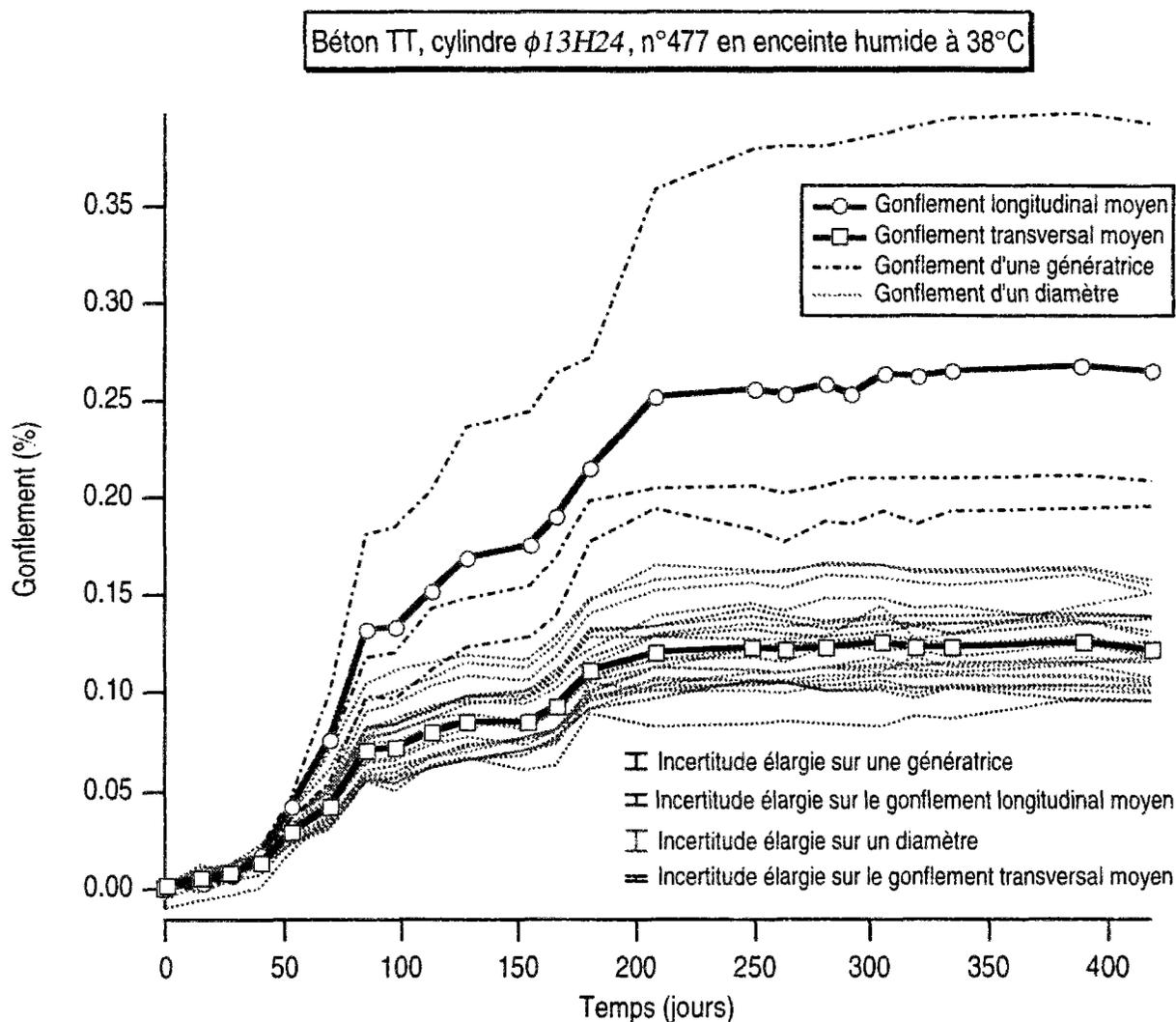


Fig. V. 1 : Comparaison des gonflements longitudinaux et transversaux, en enceinte humide à 38°C

Les valeurs des gonflements sont très dispersées mais les fuseaux des mesures longitudinales et transversales sont distincts et leurs moyennes très différentes. Les déformations longitudinales sont très vite nettement supérieures aux déformations transversales. En éliminant le temps, on observe plus facilement, sur le graphe suivant, la corrélation entre les gonflements dans ces deux directions.

Béton TT, cylindre $\phi 13H24$ n°477, en enceinte humide à 38°C

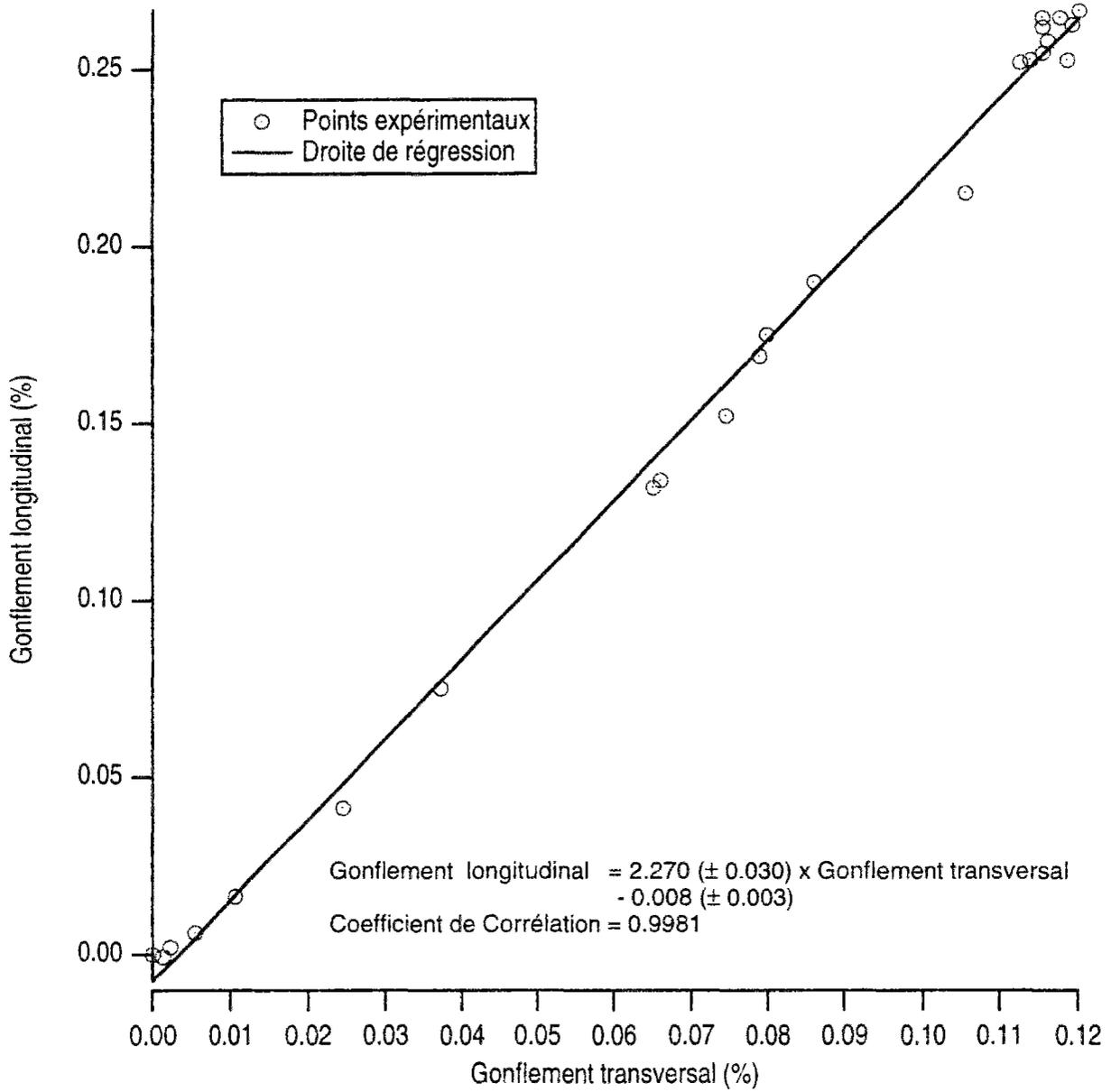


Fig. V. 2 : Corrélation entre les gonflements longitudinaux et transversaux, en enceinte humide à 38°C

On constate sur le graphe V. 2 une excellente corrélation entre le gonflement longitudinal et le gonflement transversal. Leur rapport est, dans cet exemple, de 2,27. La proportionnalité existe tout au long de la vie de l'éprouvette. Le palier de gonflement est atteint en même temps, longitudinalement et transversalement. On obtient des résultats semblables pour toutes les éprouvettes conservées dans les mêmes conditions.

Observons maintenant sur le graphe suivant un résultat typique d'une éprouvette à 23°C.

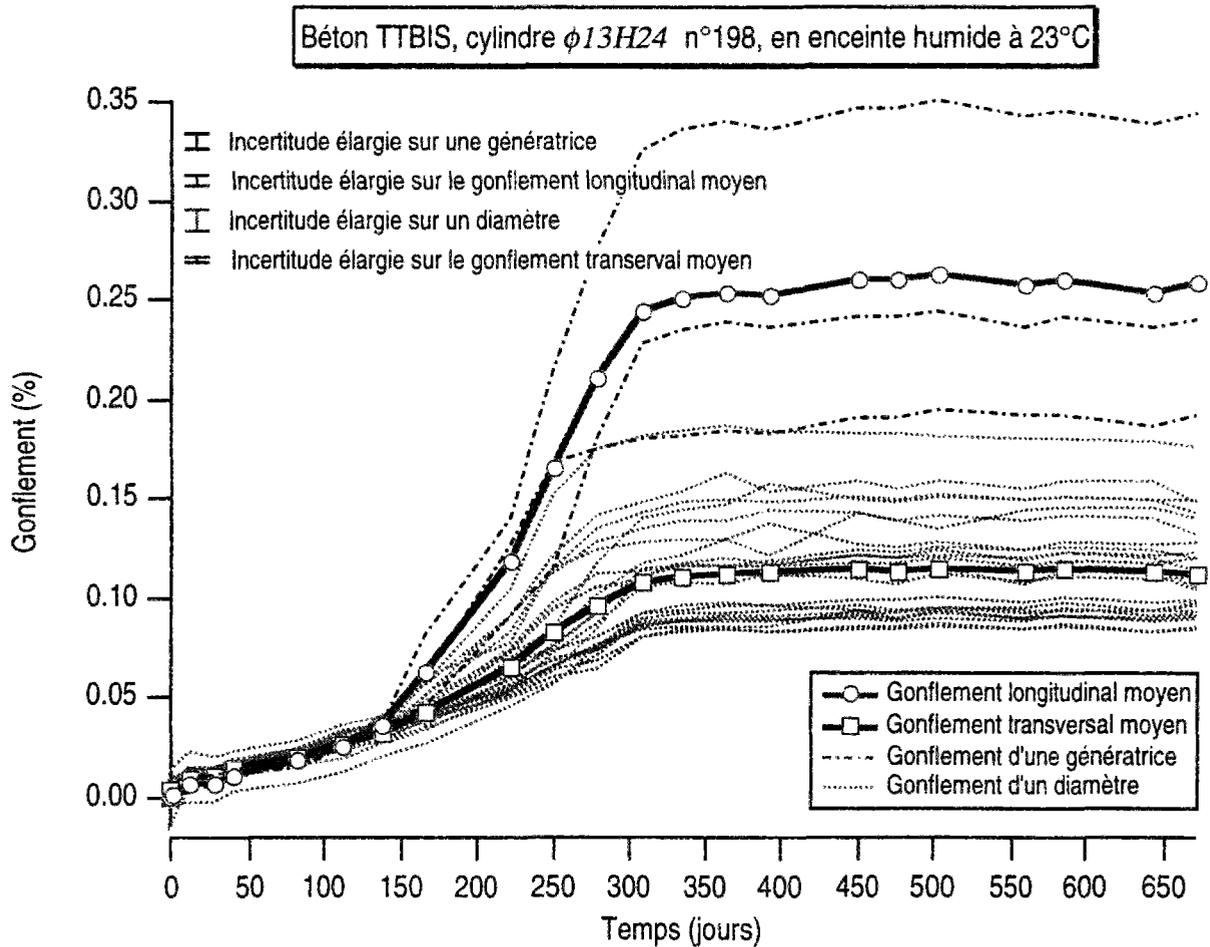


Fig. V. 3 : Comparaison des gonflements longitudinaux et transversaux en enceinte humide à 23°C

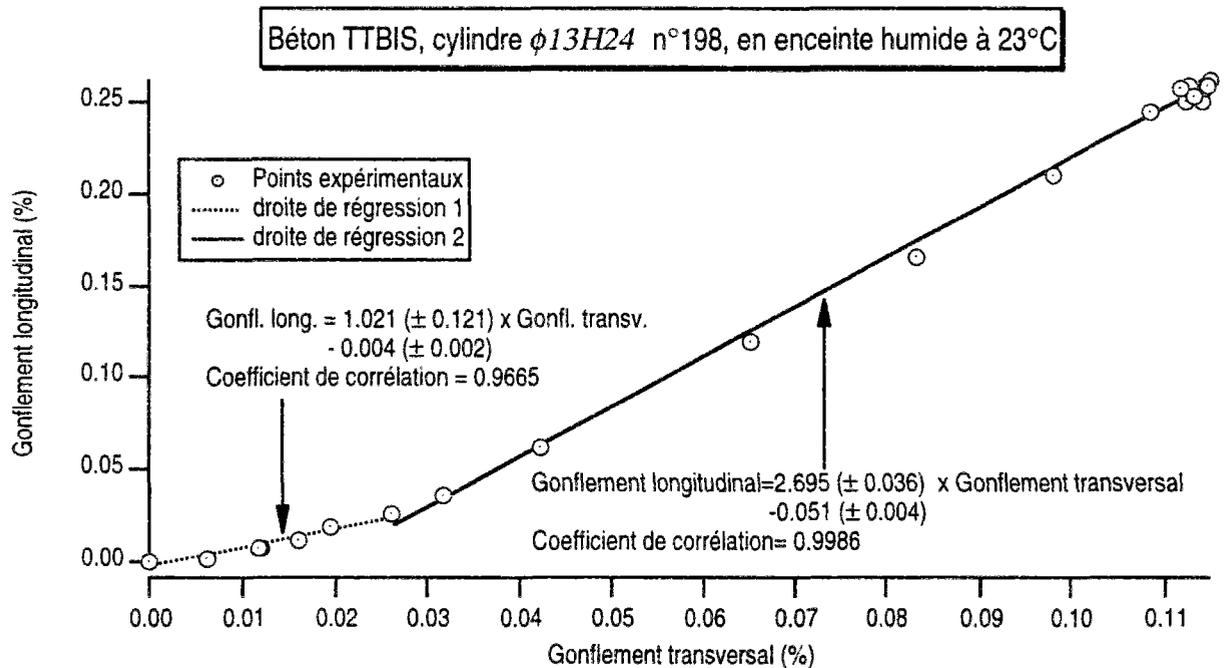


Fig. V. 4 : Corrélation entre les gonflements longitudinaux et transversaux en enceinte humide à 23°C

Là encore, le palier est atteint simultanément pour le gonflement longitudinal et le gonflement transversal et il existe une excellente corrélation entre les deux. On remarque que, jusqu'à une valeur voisine de 0,03%, les déformations sont identiques (pente de la première droite de régression : 1,02 ; coefficient de corrélation > 0,96). Ensuite, le gonflement longitudinal est à nouveau environ deux fois plus fort que le gonflement transversal (2,70 fois dans cet exemple ; coefficient de corrélation > 0,99).

La comparaison entre le gonflement longitudinal et transversal a été réalisée sur toutes les éprouvettes, réactives et non réactives, ayant fait l'objet de ces deux types de mesures, à 38°C ou à 23°C. Un survol rapide des valeurs des coefficients de corrélation rassemblées dans le tableau suivant montrera que les résultats sont tout à fait significatifs¹.

Éprouvette	Référence	pente	coef. corel.	nbre pts
1	G38HTT	1.730	0.964	6
2	G38HTT	1.978	0.992	9
3	G38HTT	2.189	0.993	13
5	G38HTT	1.599	0.995	14
14	G38HTT	2.234	0.968	5
16	G38HTT	1.942	0.986	8
17	G38HTT	2.291	0.956	12
19	G38HTT	1.611	0.996	7
302	G38HTT	1.281	0.988	14
319	G38HTT	1.866	0.995	12
375	G38HTT	1.867	0.995	10
474	G38HTT	2.500	0.995	22
475	G38HTT	2.031	0.997	22
476	G38HTT	2.679	0.996	25
477	G38HTT	2.269	0.998	24
478	G38HTT	1.907	0.997	23
479	G38HTT	2.300	0.997	14
481	G38HTT	1.928	0.997	24
486	G38HTT	1.864	0.956	26
487	G38HTT	2.149	0.994	25
488	G38HTT	2.183	0.997	25
499	G38HTT	1.602	0.999	10
500	G38HTT	1.745	0.965	23
501	G38HTT	1.826	0.998	23
504	G38HTT	2.009	0.983	18
517	G38HTT	1.890	0.989	25
518	G38HTT	2.356	0.996	21
519	G38HTT	1.702	0.998	22
580	G38HTT	1.875	0.995	17
581	G38HTT	2.039	0.996	15
582	G38HTT	1.571	0.998	15
583	G38HTT	1.810	0.998	15
585	G38HTT	2.102	0.991	15

¹ G38HTT : Béton TT en gonflement libre en enceinte humide à 38°C,
G38HBB : Béton BB en gonflement libre en enceinte humide à 38°C ; idem à 23°C pour G23HTT et G23HBB

Eprouvette	Référence	pente	coef. corel.	nbre pts
10M	G38HTT	1.650	0.997	14
6M	G38HTT	1.499	0.998	14
9M	G38HTT	1.629	0.997	14
198	G23HTT	2.695	0.999	16
201	G23HTT	2.171	0.998	12
206	G23HTT	1.563	0.998	27
207	G23HTT	1.422	0.999	25
213	G23HTT	2.524	0.993	15
215	G23HTT	1.662	0.999	10
216	G23HTT	2.025	0.997	9
320	G23HTT	1.294	0.998	26
446	G23HTT	1.771	0.992	5
447	G23HTT	2.579	1.000	8
366	G38HBB	0.234	0.284	15
11M	G38HBB	0.317	0.594	12
12M	G38HBB	0.263	0.418	15
13M	G38HBB	0.152	0.480	16
224	G23HBB	1.378	0.868	8
225	G23HBB	0.893	0.788	12
321	G23HBB	0.200	0.720	31

Tableau V.1 : Corrélation gonflement longitudinal - gonflement transversal

Pour présenter ces résultats de façon plus synthétique, nous donnons ci-dessous, par type d'essais, la moyenne, l'écart-type, le maximum et le minimum des pentes et des coefficients de corrélation obtenus.

	Référence	pente	coef. corel.	nbre d'éprouvettes
Maximum	G38HTT	2.679	0.999	36
Moyenne	G38HTT	1.936	0.990	36
Minimum	G38HTT	1.281	0.956	36
<i>Écart-type</i>	G38HTT	<i>0.300</i>	<i>0.012</i>	36
Maximum	G23HTT	2.695	1.000	10
Moyenne	G23HTT	1.971	0.997	10
Minimum	G23HTT	1.294	0.992	10
<i>Écart-type</i>	G23HTT	<i>0.506</i>	<i>0.003</i>	10
Maximum	G38HBB	0.317	0.594	4
Moyenne	G38HBB	0.242	0.444	4
Minimum	G38HBB	0.152	0.284	4
<i>Écart-type</i>	G38HBB	<i>0.069</i>	<i>0.129</i>	4
Maximum	G23HBB	1.378	0.868	3
Moyenne	G23HBB	0.824	0.792	3
Minimum	G23HBB	0.592	0.074	3
<i>Écart-type</i>	G23HBB	<i>0.200</i>	<i>0.720</i>	3

Tableau V.2 : Corrélation gonflement longitudinal - gonflement transversal, synthèse des résultats

Pour les éprouvettes non réactives, aux deux températures, les coefficients de corrélation sont faibles. En fait, dans ce cas, les deux déformations sont très petites et leur corrélation est mauvaise car les valeurs sont du même ordre de grandeur que l'incertitude sur les mesures.

Finalement, on constate que, pour toutes nos éprouvettes réactives mesurées longitudinalement et transversalement (46 échantillons), on obtient une excellente corrélation entre ces deux types de mesure. Aussi bien à 23°C qu'à 38°C, le rapport moyen entre le gonflement longitudinal et le gonflement transversal – que nous désignerons par “coefficient d'anisotropie” – est voisin de 2 ; il varie dans les mêmes plages (entre 1,3 et 2,8).

Cette anisotropie contredit l'hypothèse simplificatrice que nous avons adoptée dans le chapitre II, mais elle peut facilement être prise en compte dans la modélisation en introduisant une relation tensorielle entre le gonflement d'origine chimique et l'avancement de la réaction, du type :

$$\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}_{\text{ch}} = \begin{pmatrix} \boldsymbol{\varepsilon}_{xx} \\ \boldsymbol{\varepsilon}_{yy} \\ \boldsymbol{\varepsilon}_{zz} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \alpha_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_{zz} \end{pmatrix} \xi$$

avec :

$$\alpha_{zz} = 2 \alpha_{xx} = 2 \alpha_{yy}.$$

Nous verrons que ce phénomène d'anisotropie n'est pas spécifique aux éprouvettes que nous avons étudiées, mais qu'il existe certainement sur ouvrage. Une modélisation ne pourra donc pas l'ignorer.

II. Recherche de l'origine de l'anisotropie

1. Remise en cause des moyens de mesure

Pour nous assurer que l'anisotropie observée ne pouvait être imputée à un biais de nos appareils de mesure, nous avons mesuré, avec les mêmes méthodes, un cylindre en aluminium et un cylindre en béton, soumis à des variations de température.

Nous avons retrouvé les valeurs attendues pour ces gonflements d'origine thermique et vérifié l'isotropie de ce phénomène pour ces deux matériaux. Nous avons également déterminé le coefficient de dilatation de notre béton de formulation TT, qui est de l'ordre de $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Des résultats plus détaillés sont présentés en annexe 3 : MESURES DIMENSIONNELLES.

Nos moyens de mesure ne peuvent donc pas être mis en cause pour expliquer l'anisotropie que nous constatons ici pour le gonflement de cylindres de béton soumis à une alcali-réaction.

2. Diffusion de l'eau dans les éprouvettes

En raison de leur principe de mesure, les déformations diamétrales enregistrées sur les cylindres intègrent les déformations de coeur et de peau des éprouvettes. On peut donc penser que, le gonflement étant favorisé par la présence d'eau et cette dernière pénétrant par la périphérie des éprouvettes, la peau gonfle davantage que le coeur, ce qui expliquerait l'écart observé. Nous disposons de trois éléments de réponse :

1) Si tel était le cas, le gonflement du coeur serait différé et les asymptotes ne seraient pas atteintes simultanément.

2) Deux cylindres $\Phi 13H24$ ont été soumis à des essais comparatifs de gammadensimétrie². Les résultats montrent que, même lors d'arrivées d'eau extérieures, le déséquilibre entre le coeur et la peau devient très faible en moins de deux semaines, puis, étant donné que les conditions hydriques extérieures fluctuent peu, le gradient d'hygrométrie au sein des éprouvettes reste faible, seulement entretenu par la consommation de l'eau au cours de l'hydratation. Il n'y a donc aucune raison pour que, dans nos conditions expérimentales, le coeur et la peau gonflent de façon sensiblement différente.

3) Les cordes vibrantes noyées dans certaines éprouvettes nous permettent de comparer les gonflements internes et externes. Après analyse, on peut considérer que ces gonflements sont identiques. En effet, suivant les éprouvettes, les mesures par corde vibrante sont, soit exactement identiques, soit supérieures, soit inférieures aux mesures par extensomètre à billes (pfender). Les écarts maximaux sont de l'ordre de 15%. Les trois graphes suivants illustrent ces différents cas. Les courbes de variations de poids ont également été représentées pour permettre de mieux comprendre la forme des courbes de gonflement.

2 Par C. Gauthier et J.C. Borgotti (UMR 113 - LCPC)

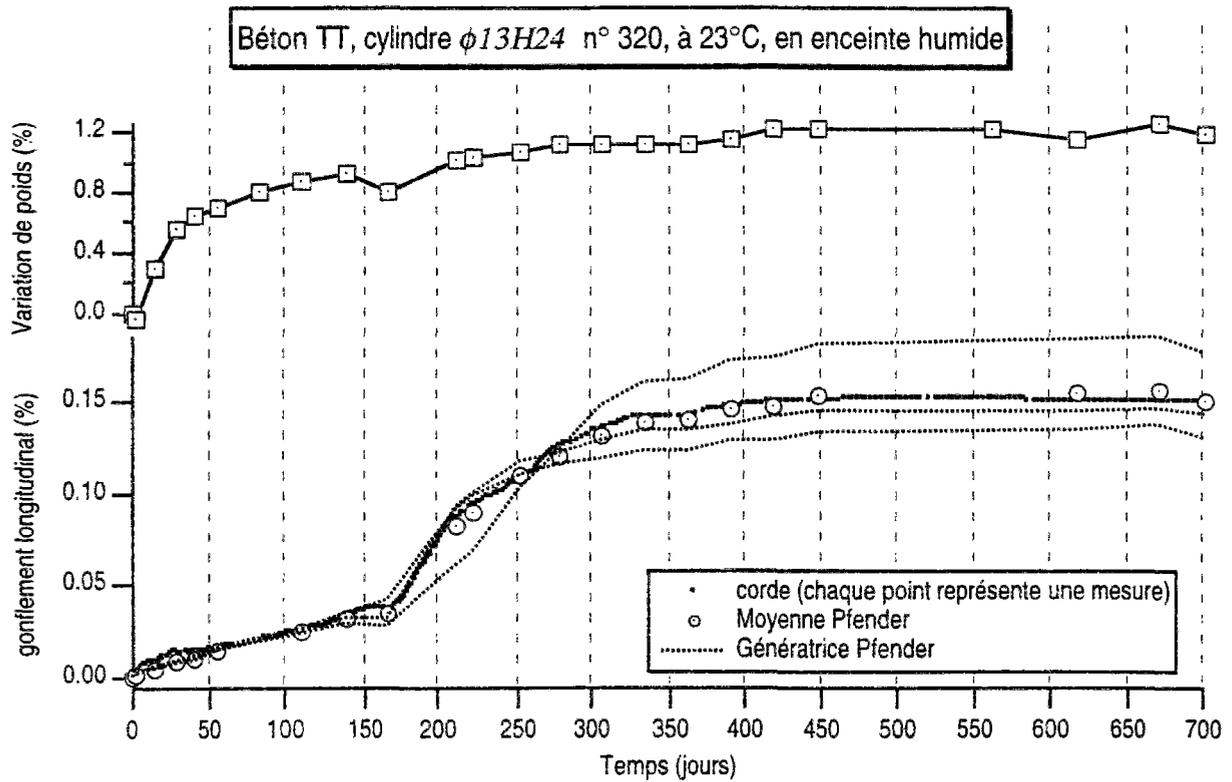


Fig. V. 5 : Comparaison des mesures par corde vibrante et par extensomètre à billes (pfender). La mesure par corde vibrante est identique à la moyenne des mesures par pfender.

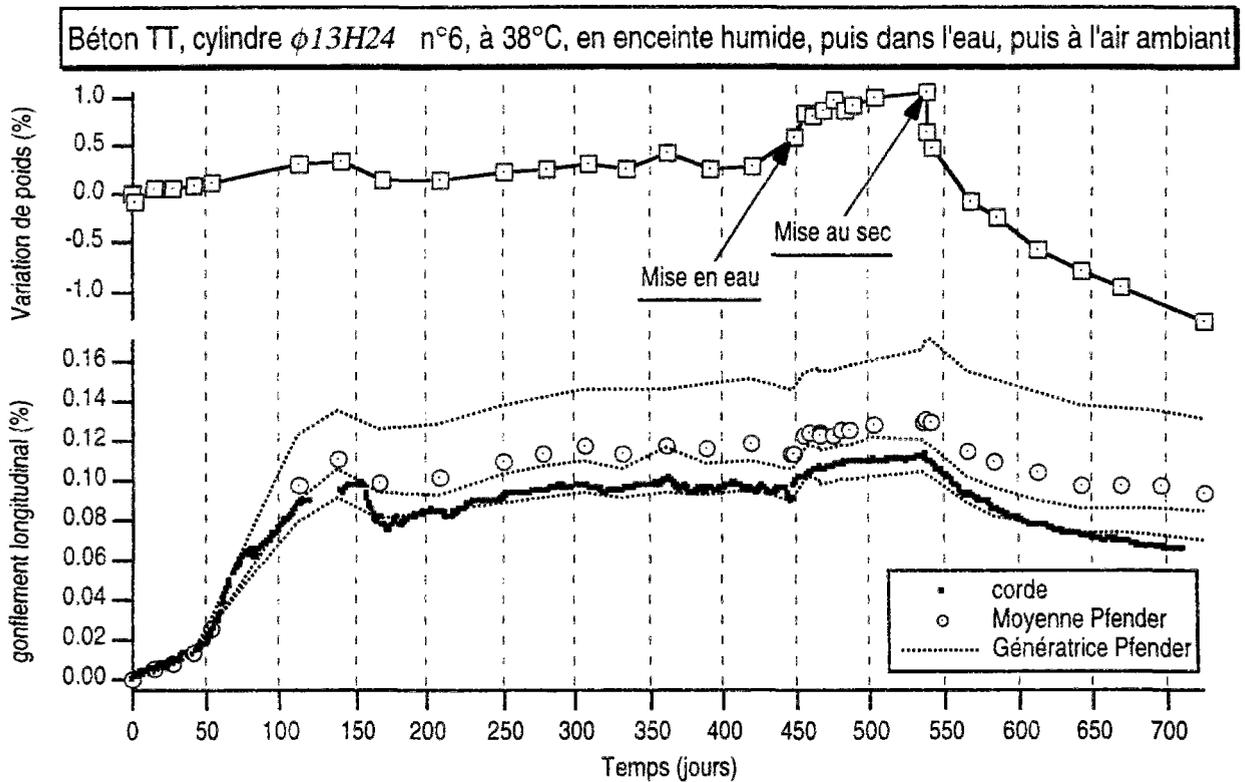


Fig. V. 6 : Comparaison des mesures par corde vibrante et par extensomètre à billes (pfender). La mesure par corde vibrante est inférieure à la moyenne des mesures par pfender.

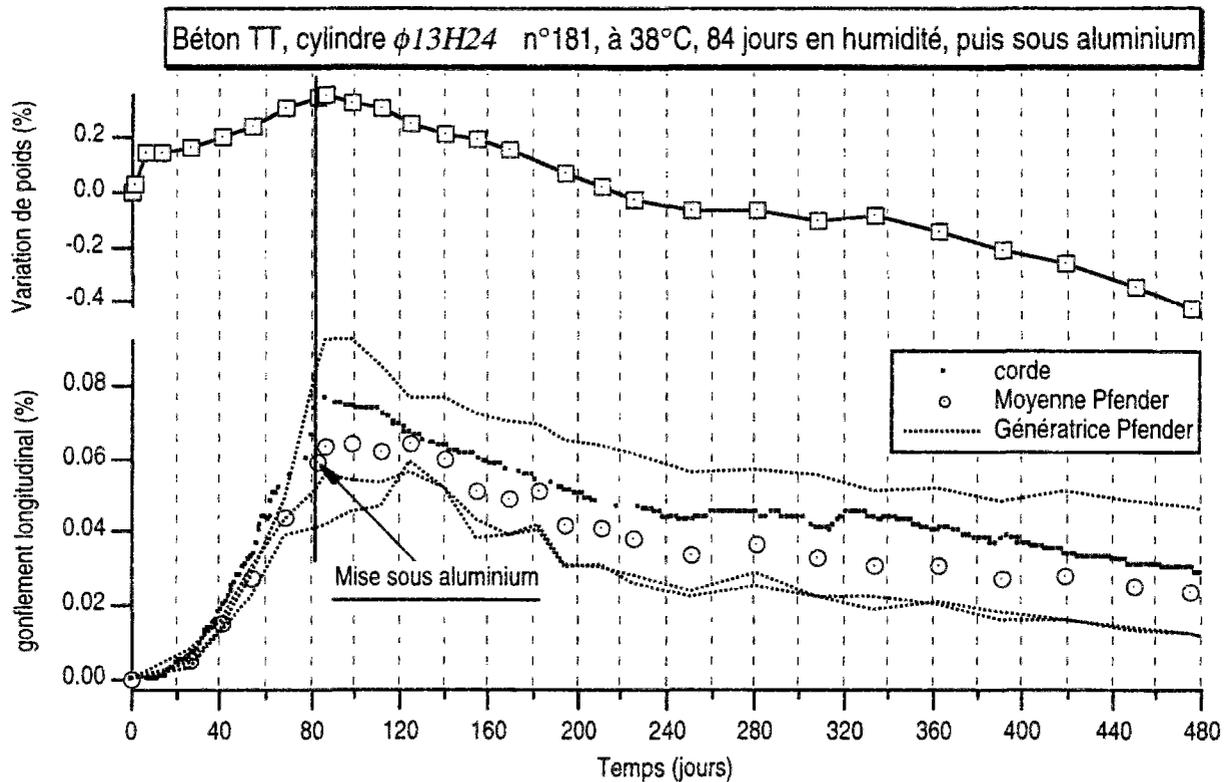


Fig. V. 7 : Comparaison des mesures par corde vibrante et par extensomètre à billes (pfender). La mesure par corde vibrante est supérieure à la moyenne des mesures par pfender.

Outre la valeur moyenne des trois génératrices extérieures mesurées par extensométrie à billes, nous avons représenté sur les graphes V. 8, 9 et 10 les mesures de chacune des génératrices. Il apparaît que, dans les cas d'écart systématique entre mesures au pfender et par cordes vibrantes, la mesure par corde vibrante reste comprise dans le fuseau des génératrices extérieures. Ainsi, il n'y a pas de différence, à l'échelle de nos éprouvettes (maintenues dans des conditions de conservation homogènes), entre le gonflement à coeur et en peau. La mesure par corde vibrante n'est qu'une mesure de plus d'un phénomène intrinsèquement hétérogène.

On déduit également de ces résultats que la fissuration n'est pas seulement une fissuration de peau et que l'on peut faire l'hypothèse de déformations planes.

Chacune des raisons précédentes suffit pour conclure à l'égalité des gonflements à coeur et en peau dans nos conditions expérimentales. Ce résultat ne peut bien sûr pas être extrapolé pour des pièces de béton beaucoup plus volumineuses, soumises à un gradient hydrique entre intérieur et extérieur. Néanmoins, on peut affirmer que **la différence que nous avons constatée entre les gonflements longitudinaux et transversaux ne vient pas d'un gonflement différentiel entre le coeur et la peau de nos éprouvettes.**

3. Position de conservation des éprouvettes

Remarquons que lorsque nous conservons en position horizontale des cylindres $\Phi 13H24$ coulés verticalement, cela ne modifie pas leur anisotropie. De la même façon, huit cubes $14 \times 14 \times 14$, conservés dans des positions indépendantes du coulage, présentent tous une fissuration préférentiellement perpendiculaire au sens du coulage. **L'anisotropie n'est donc pas imputable à la position de conservation des éprouvettes.**

4. Fissuration des éprouvettes

Pour les éprouvettes conservées en enceinte humide à 38°C, les coefficients de corrélation entre le gonflement longitudinal et le gonflement transversal sont très élevés, même lorsqu'on réalise l'interpolation linéaire sur toute la durée de vie de l'éprouvette. Ceci vient du fait que les déformations augmentent plus rapidement à 38°C qu'à 23°C. On a donc moins de points de mesure correspondant à de petites déformations.

En réalité, au démarrage le gonflement est toujours isotrope. **L'anisotropie apparaît pour des déformations de 0,02 à 0,03%, en même temps que les premières fissures visibles à l'oeil nu** (entre 0,5 et un dixième de millimètre d'ouverture).

Le fait que les déformations longitudinales soient supérieures aux déformations transversales est cohérent avec le schéma de fissuration observé sur les éprouvettes. En effet, les fissures sont préférentiellement transversales (voir les relevés de fissures en annexe 4 : FISSURATION).

De plus, l'ouverture d'une fissure transversale entre les deux billes d'extensométrie est intégralement prise en compte dans la mesure du gonflement longitudinal. Celle d'une fissure verticale s'ajoute au périmètre. Son effet sur la variation relative de diamètre est donc π fois inférieur à celui d'une fissure de même ouverture sur la variation relative de longueur.

Les remarques précédentes montrent que **la fissuration intervient directement dans l'apparition d'une anisotropie du gonflement**. Reste à comprendre d'où provient l'orientation privilégiée de la fissuration.

5. Direction du coulage

a. Pour un béton quelconque, indépendamment de l'alcali-réaction

Cas général

Hughes et Ash ont mis en évidence, dès 1969, une anisotropie du béton liée à une accumulation d'eau sous les granulats lors de la mise en place [Hughes & Ash, 1969]. Cette accumulation est également mentionnée dans des publications plus récentes [Mehta, 1986]. Elle est plus ou moins marquée suivant la formulation du béton et provient de la tendance naturelle du béton à la ségrégation et au ressuage, sous le simple effet de la pesanteur. Ces deux phénomènes sont gênés par la présence des granulats, qui empêchent les remontées d'eau. La porosité de la pâte de ciment en contact avec les faces inférieures des granulats est donc plus importante.

Une manifestation très visible de l'anisotropie réside dans la rupture en traction. Hughes et Ash montrent que, pour une éprouvette soumise à une traction perpendiculaire au sens du coulage, les granulats sont cassés et leur répartition sur les deux moitiés de l'échantillon est identique ; une éprouvette identique, soumise à une traction dans la direction du coulage, cède par déchaussement des granulats (qui restent sur la partie supérieure de l'échantillon) et sa résistance est nettement inférieure.

Dans le cas de granulats de forme allongée, le phénomène est accentué par l'orientation progressive de leur axe principal suivant des plans horizontaux au fur et à mesure de la vibration ; cette orientation augmente la proportion de surface de pâte plus poreuse et moins résistante.

Cas de nos bétons, avant même développement de l'alcali-réaction

Sur nos formulations de bétons, aussi bien réactives, que non réactives, ce phénomène se manifeste de façon très significative. Nous avons effectivement constaté, sur des éprouvettes âgées de 15 jours, une très nette différence entre la rupture par essai brésilien et la rupture en traction (par flexion) suivant des plans perpendiculaires au sens du coulage. Ceci est illustré sur les photos V. 1 et V. 2.

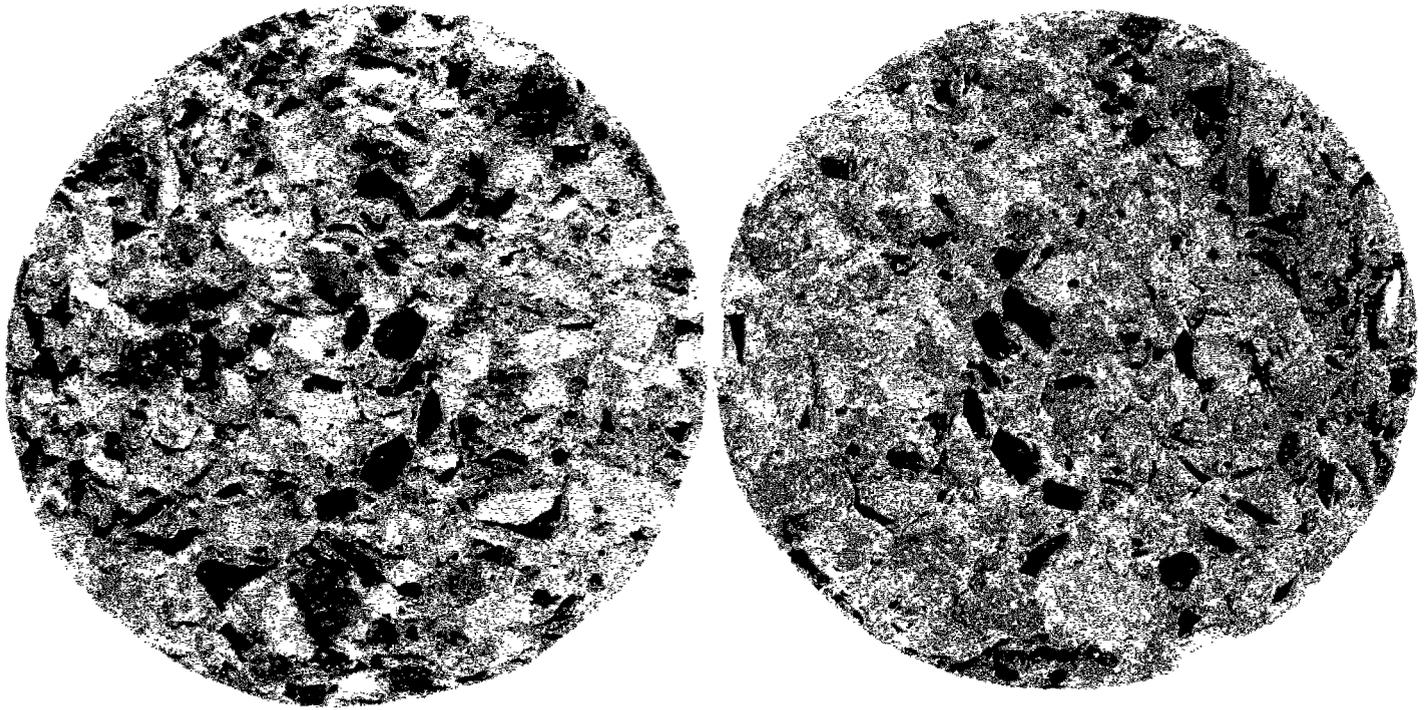
De plus, lors du tranchage de nos éprouvettes avant essai à l'acétate d'uranyle³, nous avons également remarqué que les granulats se déchaussent, jusqu'à ce que les éprouvettes soient si dégradées qu'ils se fendent, suivant des plans recouverts de produits d'alcali-réaction.

Toutefois, avec un rapport Eau / Ciment de 0,48 et un dosage en ciment de 410 kg / m³, nos bétons sont très "raides" (affaissement au cône d'Abrams de 22 ± 4 mm pour les bétons TT et TTBIS ; de 38 ± 8 mm pour les bétons BB). Plus qu'une véritable "accumulation" d'eau sous les granulats, tel que cela est évoqué dans l'article de Hughes et Ash, nous avons très vraisemblablement une augmentation locale du rapport E/C.

Des observations par microscopie électronique à balayage ont été effectuées sur des granulats dont l'orientation a été préalablement repérée⁴. L'augmentation localisée de la teneur en eau n'influence qu'une zone d'une dizaine de microns, en face inférieure des granulats voir photos V. 3 et V. 4, page 117. Cette valeur est en bon accord avec les observations d'autres auteurs [*Mindess. 1996*], [*Carles-Gibergues et al. 1989*]. Quoique faible, elle est suffisante pour que les caractéristiques mécaniques de la pâte soient localement légèrement affaiblies.

3 Ce tranchage peut être assimilé à une traction par flexion à cause du jeu de plusieurs millimètres entre les parties mobiles des anneaux de cisaillement (voir chapitre III, paragraphe E. II).

4 N. Louarn, C. Larive (SDOA, LCPC).



Face inférieure: empreintes de granulats

Face sup: granulats recouverts d'un film de pâte

Photo V. 1 : Cylindre $\Phi 13H24$ rompu par traction

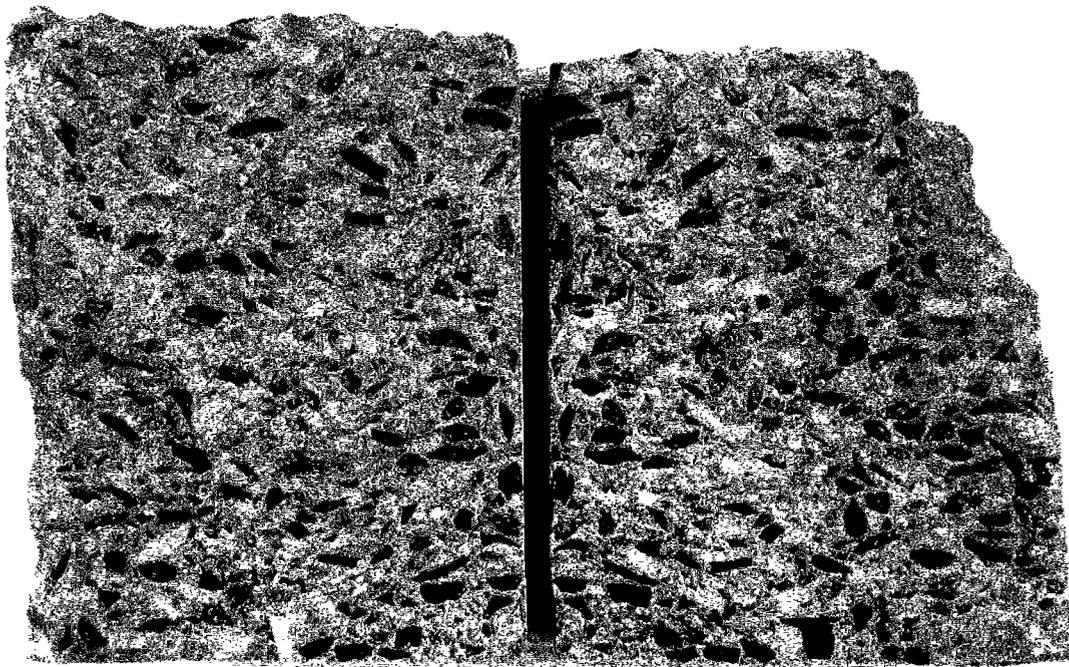
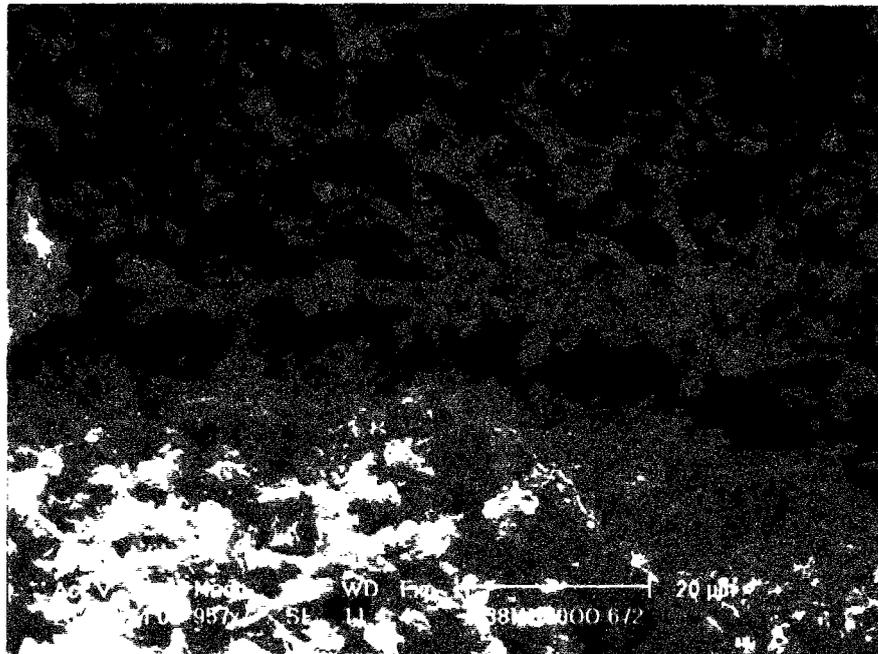


Photo V. 2 : Cylindre $\Phi 13H24$ rompu par essai brésilien

Après rupture par traction (en flexion), la grande majorité des granulats est déchaussée ; après essai brésilien, ils sont rompus.

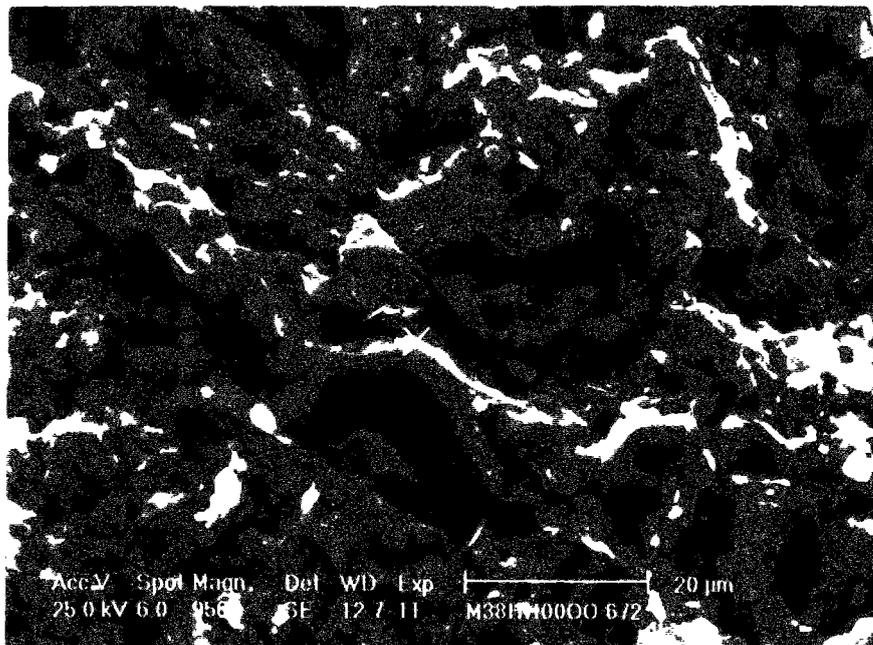


Côté granulat

zone poreuse

Côté pâte

Photo V. 3: Liaison pâte-granulat en face inférieure d'un granulat calcaire du Tournaisis (G : x 957)



Côté pâte

Côté granulat

Photo V. 4: Liaison pâte-granulat en face supérieure du même granulat calcaire du Tournaisis (G : x 956)

Sur la face supérieure des granulats (photo V. 4), il est très difficile de repérer la frontière entre la pâte et le granulat calcaire, alors que sur leur face inférieure (photo V. 3), on remarque la présence d'une zone poreuse d'une dizaine de micromètres de largeur.

b. Pour un béton atteint d'alcali-réaction

La moindre résistance de la pâte de ciment en contact avec les faces inférieures des granulats va avoir des conséquences importantes sur les déformations consécutives à l'alcali-réaction. Ceci est d'autant plus vrai que l'on remarque sur les photos précédentes que nos granulats ont un coefficient d'aplatissement élevé (18) et sont préférentiellement disposés "à plat". Cette anisotropie entraîne les conséquences suivantes :

1) Quelle que soit l'origine du gonflement, dès que ce dernier dépassera la limite élastique du matériau, la fissuration sera préférentiellement transversale car les plans horizontaux sont les plus faibles. L'orientation privilégiée des granulats augmente la proportion de section transversale affaiblie, et fragilise encore davantage ces plans horizontaux.

2) Une fois les fissures horizontales ouvertes, la pénétration de l'eau sera facilitée et se fera préférentiellement par leur intermédiaire. De nouveaux produits de réaction pourront donc se former le long des plans de fissuration et auront tendance à ouvrir les fissures existantes. C'est pour cela que l'on observe une augmentation du gonflement longitudinal plus importante que celle du gonflement transversal.

3) La forme aplatie des granulats et leur orientation horizontale font que, même si les produits de réaction se forment uniformément à leur périphérie⁵, ils exercent une poussée verticale supérieure à la poussée horizontale, comme autant de petits "vérins plats". Il serait intéressant de savoir dans quelle proportion la forme et l'orientation des granulats réactifs interviennent sur l'expansion du béton, mais ce genre de données n'est pratiquement jamais fourni dans la littérature.

Au vu des observations précédentes, le fait que la fissuration se produise dans un premier temps suivant des plans perpendiculaires au coulage est logique. Dans un second temps, lorsque les déformations continuent à augmenter, et que le matériau n'est pas soumis à des contraintes mécaniques ayant elles-mêmes une orientation privilégiée, les fissures se développent de façon plus anarchique, sous forme d'un maillage, fréquemment observé sur les ouvrages sérieusement atteints par l'alcali-réaction et sur les éprouvettes âgées (voir annexe 4 : FISSURATION).

Les points 1 et 2 sont valables même pour des granulats ronds et montrent que l'anisotropie apparaîtra lors du développement de l'alcali-réaction dans n'importe quel béton. De plus, sur chantier, les granulats sont rarement ronds et la forte puissance des vibreurs favorisera leur orientation horizontale. La valeur du rapport entre les gonflements longitudinaux et transversaux, à prendre en compte pour une modélisation à l'échelle des structures, est donc vraisemblablement du même ordre que celle que nous obtenons sur éprouvettes.

⁵ Cette hypothèse paraît raisonnable car la mise en évidence des produits de réaction par fluorescence révèle fréquemment un fin liseré fluorescent entourant les granulats [Martineau. 1997]. Dans le cas de nos éprouvettes, leur tranchage favorise l'observation des faces inférieures des granulats, ainsi que des empreintes qu'ils ont laissées sur la tranche en contact. Ces deux localisations sont très fréquemment recouvertes de produits d'alcali-réaction.

B. EFFET DE LA POROSITÉ

Pour vérifier l'influence de la direction du coulage sur les manifestations macroscopiques de l'alcali-réaction, nous avons coulé deux prismes identiques, de format $14 \times 14 \times 28$, l'un en position verticale, l'autre en position horizontale. Chacun a été conservé dans sa position de coulage. Les graphes ci-dessous montrent la corrélation entre les gonflements moyens mesurés sur les bases d'extensométrie verticales et horizontales.

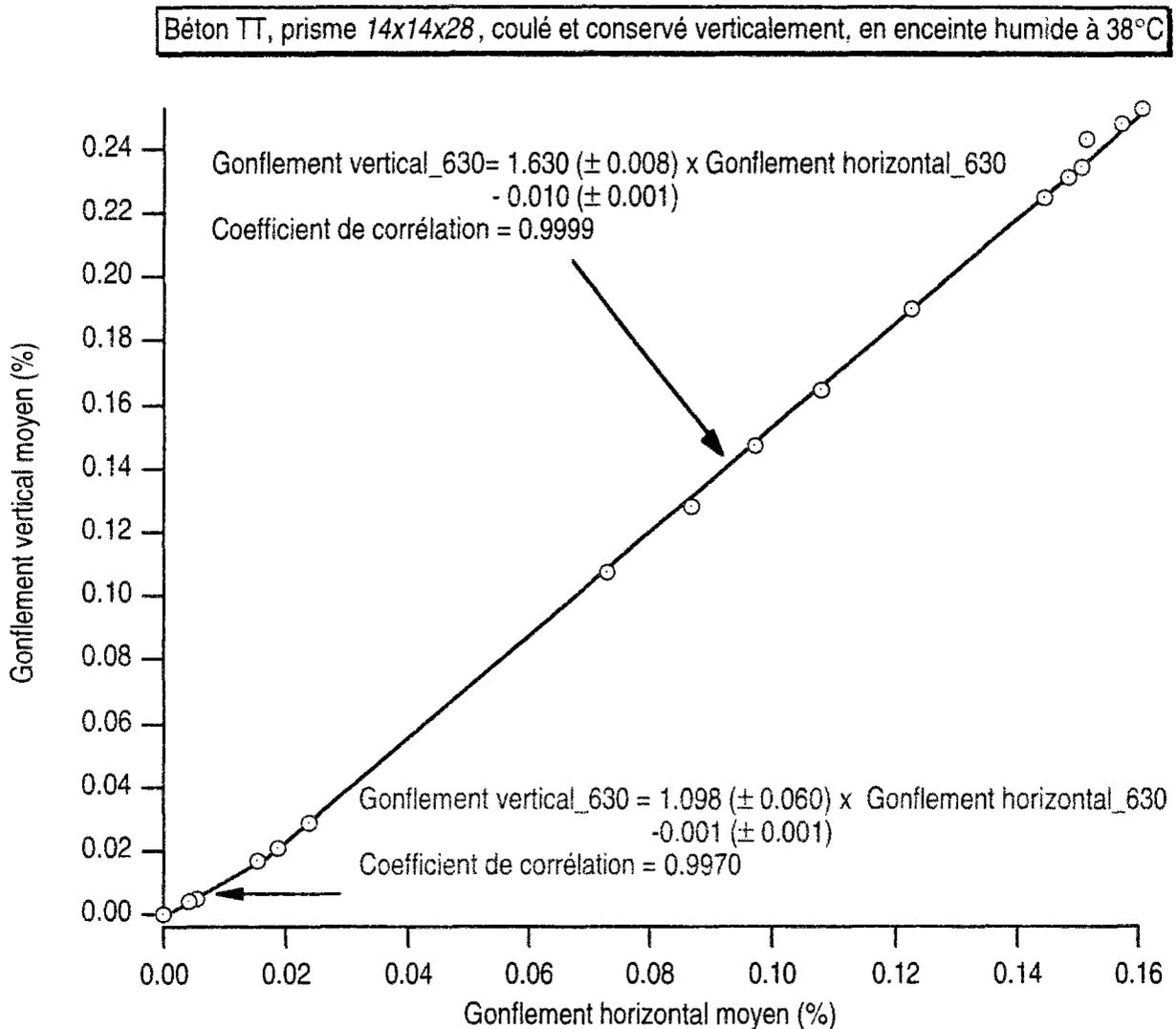


Fig. V. 8 : Corrélation gonflement vertical - gonflement horizontal pour un prisme $14 \times 14 \times 28$ "vertical"

On voit sur le graphe V. 8 que nous retrouvons la même anisotropie sur le prisme $14 \times 14 \times 28$ coulé verticalement que sur les cylindres $\Phi 13 \times H 24$ coulés dans la même position (pente de la droite : 1,63). On retrouve également le démarrage isotrope du gonflement jusqu'à 0,02% (pente : 1,1).

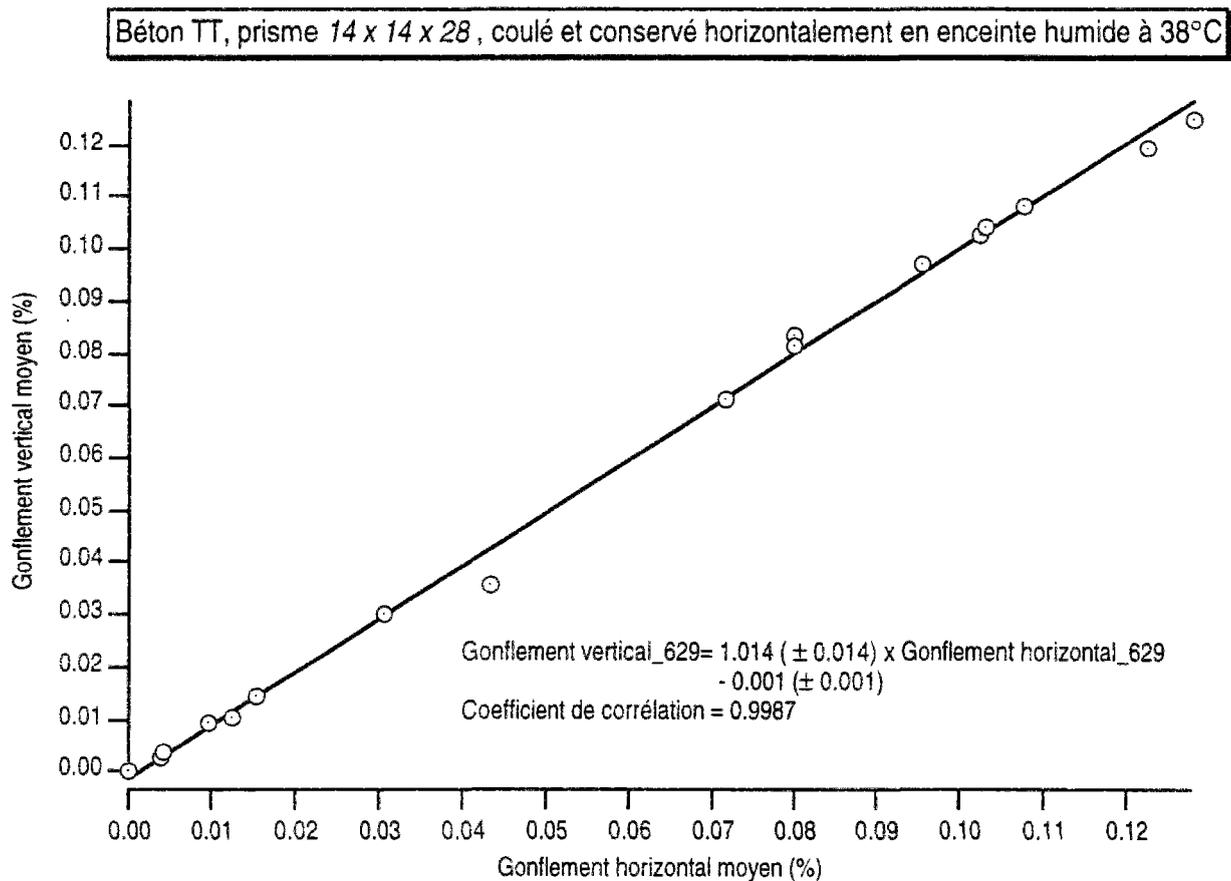


Fig. V. 9 : Corrélation gonflement vertical -gonflement horizontal pour un prisme 14x14x28 "horizontal"

Au contraire, le graphe V. 10 montre que, sur un prisme de même format, mais coulé horizontalement, **le gonflement est parfaitement isotrope** (pente de la droite : 1,01 ; coefficient de corrélation > 0,99).

Les excellents coefficients de corrélation que nous obtenons et la parfaite reproductibilité du phénomène sur les cylindres $\Phi 13H24$ nous autorisent à considérer comme significatifs les exemples de ces prismes, même si, pour des raisons pratiques, nous n'avons pas multiplié ces essais.

Nous constatons également que l'expansion du prisme 14x14x28 "horizontal" est moins importante, dans les deux directions, que celle du prisme "vertical" (-30% pour le gonflement horizontal ; -100% pour le gonflement vertical).

Le schéma de fissuration superficielle du prisme "vertical" est identique à celui des cylindres $\Phi 13H24$, à savoir bidirectionnel, à prédominance transversale. Au contraire, sur le prisme "horizontal", les fissures sont moins nombreuses et pratiquement toutes longitudinales, c'est-à-dire perpendiculaires au coulage. La quantité de fissures est plus beaucoup plus importante sur les faces latérales que sur les faces supérieures et inférieures. Ceci est en parfait accord avec les explications du paragraphe A. II. 4, page 114.

Pourtant, la faible hauteur du prisme coulé horizontalement a masqué la manifestation de l'anisotropie. Si sa hauteur avait été plus importante, on aurait obtenu un gonflement anisotrope. Jones & Clark ont d'ailleurs remarqué que le gonflement de blocs de béton atteints d'alcali-réaction est plus important dans le sens du coulage que dans le sens transversal [Jones & Clark. 1995].

Comment expliquer ces contradictions, liées à la hauteur de l'éprouvette ?

Elles sont une conséquence d'une **différence de porosité** entre les deux éprouvettes. Cette différence provient du "matelassage", bien connu dans le domaine des assises traitées de chaussées quand on "abuse" du compacteur vibrant avec des matériaux à teneur en eau importante (ce qui est précisément le cas de nos bétons).

Ce phénomène se manifeste par une décompaction de la partie supérieure des éprouvettes lors de leur coulage. Il apparaît très brusquement sous forme d'un ramollissement de la couche supérieure du béton qui vient d'être coulé.

Lors de la mise en place du béton dans les moules, nous arrêtons la vibration dès le début du matelassage mais il affecte tout de même la partie supérieure des éprouvettes. Sur une éprouvette de plusieurs dizaines de centimètres de hauteur, mesurée en son centre, cela n'a aucune conséquence. Sur des éprouvettes de dimensions beaucoup plus réduites, la hauteur concernée n'est plus négligeable, en particulier lorsque les mesures prennent en compte les déformations de cette zone.

On confirme la plus grande porosité du prisme "horizontal" par rapport à celle du prisme "vertical" en comparant leur masse volumique. Elle est de $2\,410 \pm 15 \text{ kg/m}^3$ pour le prisme "horizontal" et de $2\,446 \pm 15 \text{ kg/m}^3$ pour le "vertical", ce qui correspond à un écart de 1,5%.

On retrouve le même phénomène en comparant sur le graphe V. ^{As} ~~114~~ les prismes 7x7x28 et les cylindres $\Phi 13H24$ en réacteur à 38°C.

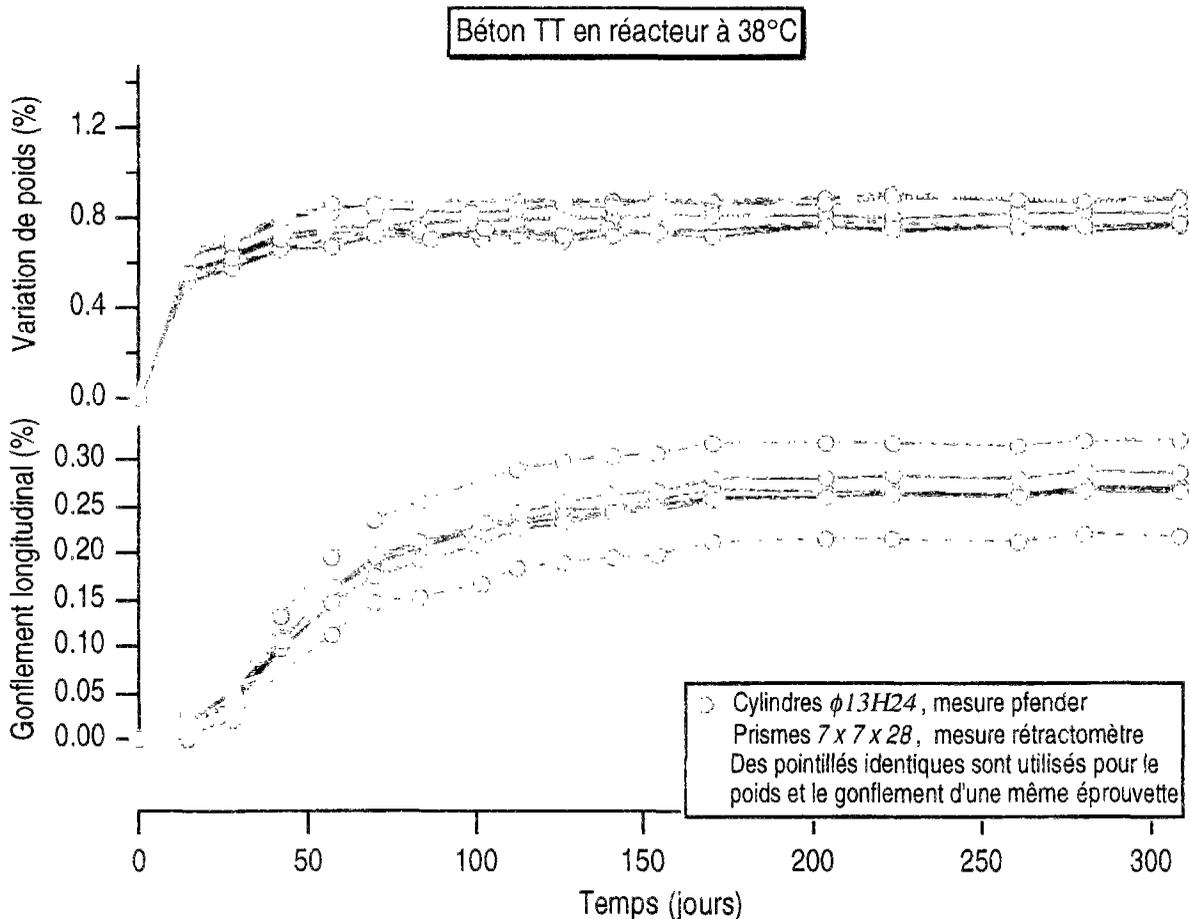


Fig. V.10 : Comparaison des prises de poids et des gonflements de cylindres et de prismes en réacteur

On constate sur ce graphe que la quasi totalité des prismes a absorbé plus d'eau que les cylindres et que ces derniers ont gonflé davantage. En fait, on ne peut pas comparer directement les gonflements longitudinaux de ces deux types d'éprouvettes car, pour les cylindres, ce gonflement est mesuré dans le sens du coulage alors que, pour les prismes, il est mesuré perpendiculairement au coulage.

Le gonflement des prismes est donc à comparer au gonflement transversal des cylindres. Ces mesures n'ont pas été faites, mais on trouve un rapport de 2,27 entre les gonflements longitudinaux moyens de ces deux lots d'éprouvettes. Ce rapport est supérieur au rapport moyen entre le gonflement longitudinal et le gonflement transversal d'un cylindre $\Phi 13H24$. Ceci peut s'expliquer par une diminution du gonflement des prismes, à cause de leur plus grande porosité.

Ce dernier point est confirmé par :

- le fait que, pour les cylindres, plus la prise de poids est importante, plus le gonflement est important, alors que ce n'est pas le cas pour les prismes ;
- des observations par microscopie électronique à balayage qui montrent la présence d'une plus grande quantité de produits de réaction dans les prismes, à échéance égale.

On peut donc penser que "l'efficacité" de ces produits est inférieure, en terme de gonflement, parce qu'une grande partie d'entre eux se forme dans l'espace poreux du béton.

On remarque de plus sur le graphe V. 10 que la porosité n'intervient pas sur le démarrage des courbes des deux graphes précédents. Ceci est cohérent avec le fait que les produits de réaction se forment initialement à l'interface pâte-granulat, puis, dans un second temps, dans la pâte de ciment, et en particulier dans les bulles d'air.

Les résultats obtenus en enceinte humide confirment également les conclusions précédentes. Ils sont représentés ci-après sur le graphe V. 12 par les fuseaux de gonflement et de variations de poids de prismes $7x7x28$ et de cylindres $\Phi 13H24$.

Sont figurées sur ce graphe V. 12, les courbes moyennes des deux lots d'éprouvettes, ainsi que leur dispersion, qui apparaît sous forme d'une barre "d'hétérogénéité", égale à 1,96 fois l'écart-type des différentes valeurs. En supposant que le lot d'éprouvettes est représentatif⁶, ces barres représentent les intervalles dans lesquelles des éprouvettes de mêmes caractéristiques ont 95% de probabilité de se situer.

Le rapport entre les valeurs moyennes des gonflements longitudinaux des cylindres et des prismes est de 2,34. Il est à nouveau supérieur au "coefficient d'anisotropie moyen" des cylindres $\Phi 13H24$.

Vu la dispersion des coefficients d'anisotropie (qui varient entre 1,3 et 2,8), il est difficile d'affirmer formellement que la porosité est responsable des valeurs élevées calculées précédemment (2,34 en enceinte et 2,27 en réacteur). Toutefois, pour certaines éprouvettes, cela paraît incontestable car les rapports obtenus sont proches de 4...

⁶ Ceci est certainement vrai pour le lot de cylindres $\Phi 13H24$ car il est composé 29 échantillons ; c'est moins évident pour les prismes $7x7x28$, car la moyenne ne porte que sur 6 éprouvettes.

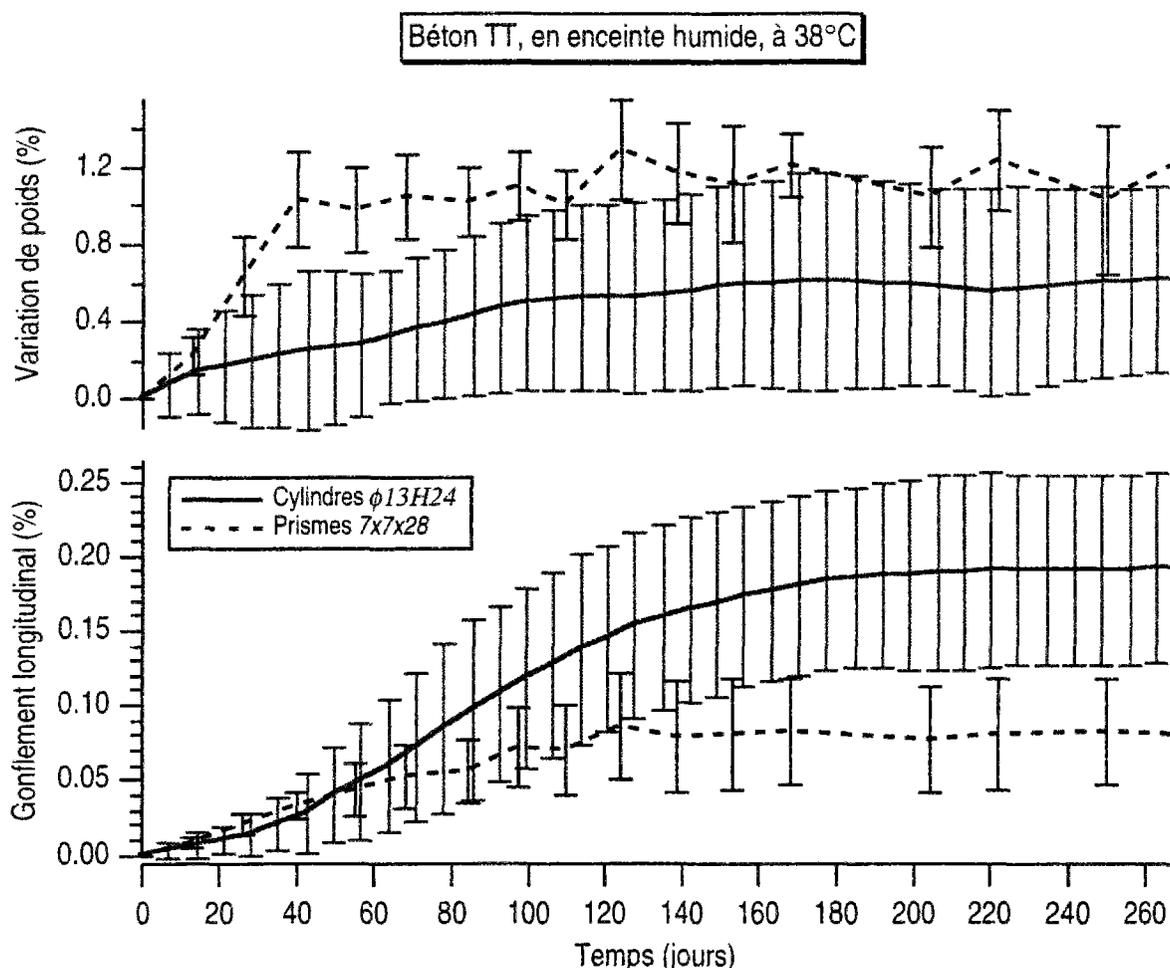


Fig. V. 11 : Comparaison des prises de poids et des gonflements de cylindres et de prismes en enceinte

Une autre observation met bien en évidence le rôle de la porosité. Sur l'une de nos éprouvettes, nous avons constaté lors du tranchage avant un essai de visualisation des produits de réactions par fluorescence, qu'une grande cavité interne s'était formée lors de la mise en place du béton.

Ce défaut, très visible, traduit en fait une porosité globalement très élevée de cette éprouvette, dont le temps de vibration a été anormalement bas. Sa masse volumique est inférieure de 1,5% à la masse volumique moyenne des éprouvettes de même composition ($2\,370 \pm 15 \text{ kg/m}^3$ par rapport à une valeur moyenne de $2\,410 \pm 15 \text{ kg/m}^3$).

Le graphe suivant situe l'évolution de cette éprouvette au sein du fuseau de gonflement des autres éprouvettes du même type.

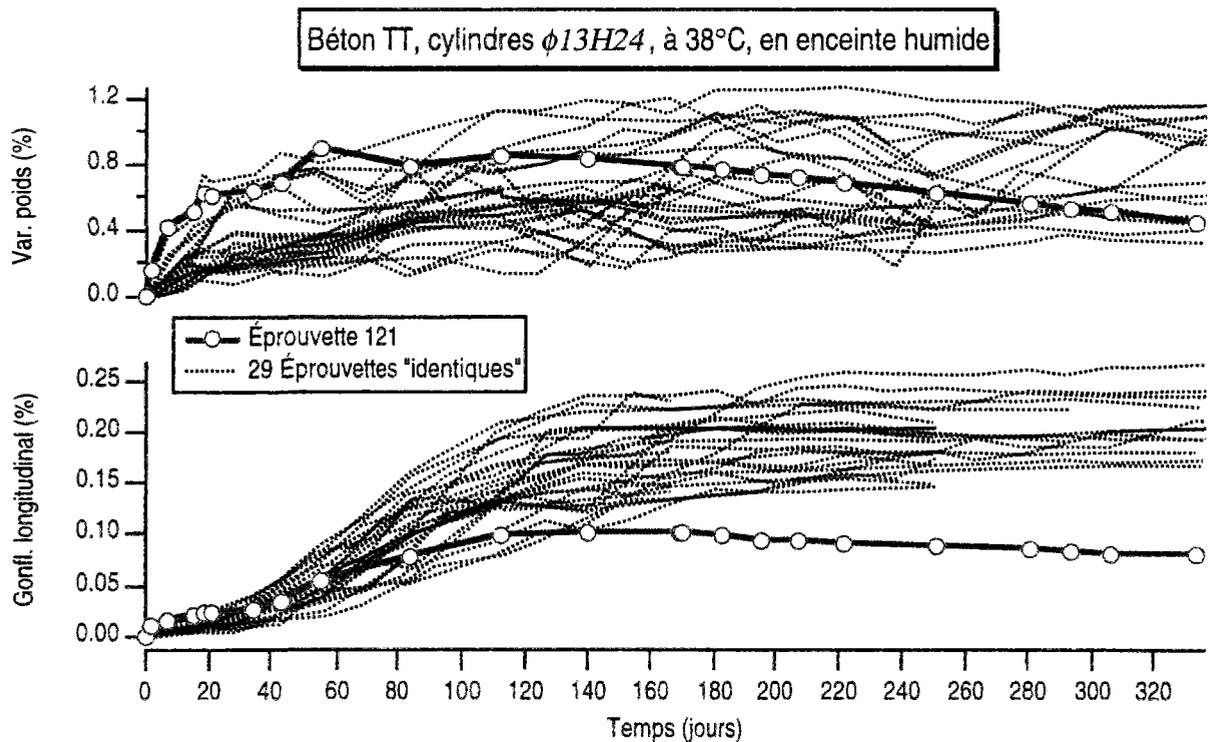


Fig. V. 12 : Cas de l'éprouvette 121, très poreuse

Le gonflement représenté ci-dessus par les marqueurs ronds est anormalement bas, alors que la prise de poids est élevée. En effet, une même formation de produits d'alcali-réaction provoque moins de gonflement dans une éprouvette plus poreuse. Ceci se voit également lorsqu'on utilise un entraîneur d'air. Par exemple, Jensen, Chatterji, Christensen et Thaulow ont vu l'expansion de barres de mortier diminuer de 40%, suite à l'introduction de 4% d'air [Jensen et al. 1984].

L'exemple de l'éprouvette 121 est un cas extrême montrant l'influence de la porosité. Pour des bétons sans défaut évident de mise en place, cette influence est difficile à mettre en évidence par les mesures de porosité que nous avons réalisées. En effet, nous avons adopté la méthode en usage au LCPC au moment du démarrage de ce travail. Le calcul est basé sur le poids d'un échantillon séché 4 jours à 60°C, le poids de ce même échantillon sur une balance hydrostatique, après immersion dans l'eau durant quatre heures, et son poids humide, après essuyage sommaire⁷. Elle présente l'avantage d'être réalisée sur un morceau de béton représentatif de l'éprouvette (environ 200 grammes). Par contre, elle dépend beaucoup de l'essuyage plus ou moins poussé de l'échantillon et n'est pas très précise. Elle ne se prête pas à la comparaison fine de deux échantillons de porosité voisine.

Cette méthode a d'ailleurs été modifiée suite aux études d'un groupe de travail de l'AFREM (séchage à 105°C, dégazage avec une pompe à vide). Mais, à notre connaissance, aucune estimation des précisions obtenues avec les différents modes opératoires n'a été publiée jusqu'à présent. Des méthodes beaucoup plus précises, comme la porosimétrie au mercure, se prêtent mal à l'étude des bétons car la taille des échantillons est trop faible.

⁷ Le mode opératoire détaillé est présenté dans le Chapitre III, paragraphe E. I. 1.

Les mesures que nous avons réalisées ont conduit à une porosité moyenne de nos cylindres $\Phi 13H24$ de $9,8\% \pm 1,4\%$ ⁸; mais l'incertitude sur cette mesure est trop importante pour que l'on puisse mettre en évidence une corrélation entre le gonflement et la porosité ainsi évaluée.

C. CONSÉQUENCES DES EFFETS CONJUGUÉS DE L'ANISOTROPIE ET DE LA POROSITÉ SUR L'INTERPRÉTATION DE RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Nous avons vu précédemment qu'il ne faut pas comparer directement les gonflements de cylindres à ceux de prismes, lorsque les sens du coulage et du mesurage sont différents.

Nous avons également constaté que le matelassage, lors de la mise en place du béton – ou tout autre phénomène intervenant sur la porosité des éprouvettes – peut modifier complètement les déformations du matériau.

Ces deux considérations permettent de mieux comprendre nos résultats expérimentaux, mais aussi ceux de la littérature.

I. Influence sur les performances mécaniques

Nous avons déjà signalé dans le chapitre IV, page 102, que l'augmentation de la résistance au fendage, de façon analogue à celle d'un béton non réactif soumis aux mêmes conditions de conservation, était due à l'orientation préférentiellement transversale de la fissuration des cylindres.

Par ailleurs, la bibliographie montre que les performances mécaniques de poutres réactives ne sont pas affectées par l'alcali-réaction. Ceci provient également de l'orientation horizontale de leur fissuration, car, d'une part les poutres sont toujours coulées horizontalement, d'autre part les armatures limitent l'ouverture de fissures verticales.

II. Influence sur l'amplitude des déformations

Clark & Ng ont remarqué en 1989 que le gonflement moyen de prismes coulés horizontalement était inférieur d'environ 40% à celui de cylindres de taille comparable mais coulés verticalement [Clark & Ng. 1989]. Ceci était corroboré par le fait que les cylindres étaient fissurés plutôt transversalement alors que les prismes l'étaient plutôt longitudinalement. Les causes de ces phénomènes n'avaient alors pas été identifiées. Le paragraphe A. II. 5, page 114, permet de les comprendre.

Par ailleurs, nous avons coulé des cylindres $\Phi 16H32$ et nous constatons sur le graphe suivant que leur gonflement n'est pas plus fort que celui de cylindres $\Phi 13H24$, malgré leur taille plus importante.

8 On peut considérer que cette méthode de mesure minore la valeur de la porosité d'environ 5 à 7% par rapport à la méthode maintenant adoptée, qui utilise une pompe à vide pour favoriser le dégazage des échantillons.

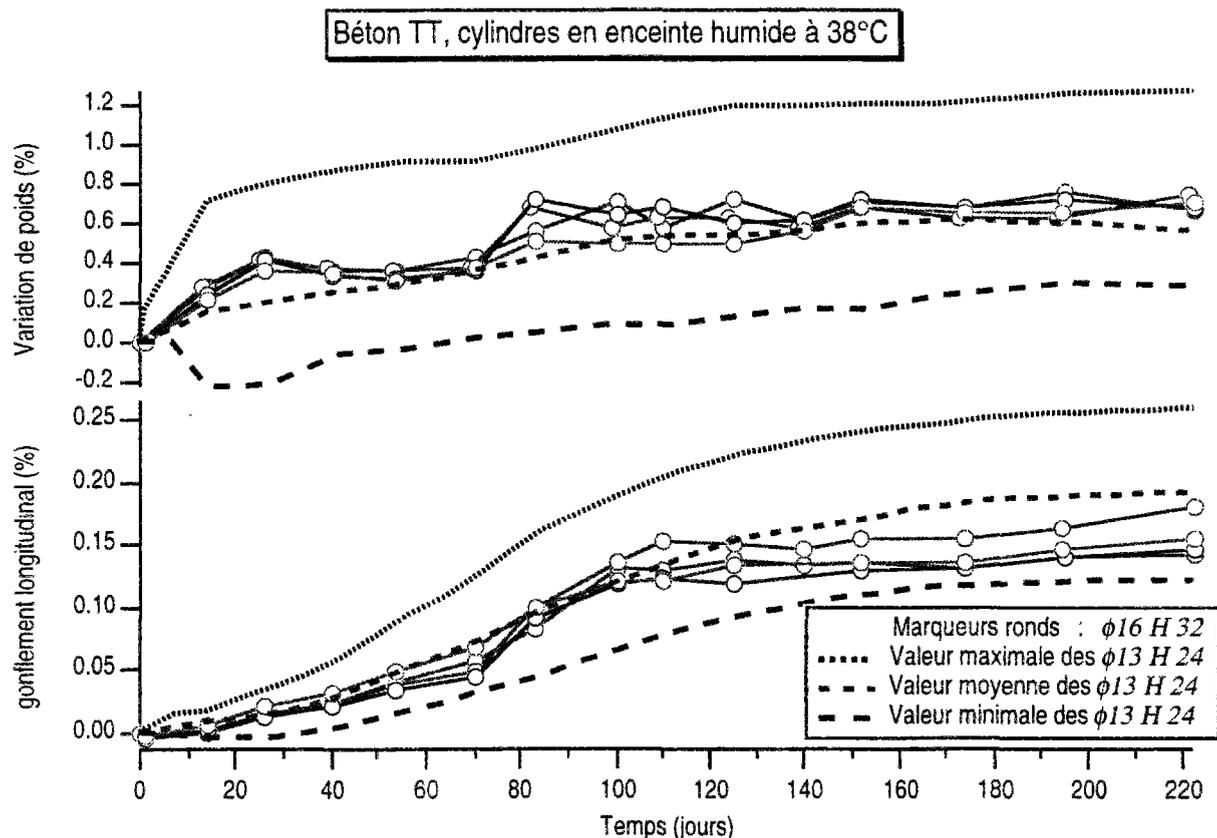


Fig. V. 13 : Comparaison des gonflements et variations de poids de cylindres $\Phi 13 H 24$ et $\Phi 16 H 32$

Le gonflement des cylindres $\Phi 16 H 32$ est même légèrement inférieur à celui de cylindres $\Phi 13 H 24$ qui prendraient le même pourcentage d'eau, probablement parce que les éprouvettes $\Phi 16 H 32$, plus lourdes, ont été moins bien vibrées et sont donc plus poreuses.

Le choix de notre format d'éprouvettes ($\Phi 13 H 24$) utilisées pour la grande majorité des essais, et en particulier pour les essais sous contrainte, s'avère a posteriori être un bon compromis : pour des éprouvettes plus petites ou coulées horizontalement, nous aurions sous-estimé le gonflement, à cause du matelassage ou de l'anisotropie ; un format plus classique (diamètre 16 cm) n'aurait pas été plus intéressant, car il présentait le risque d'une moins bonne mise en place, vu la table vibrante dont nous disposions.

III. Influence sur la forme des courbes de déformations

Remarquons que de nombreuses courbes de gonflement ne rappellent la courbe obtenue par la modélisation simplifiée du Chapitre II qu'à partir d'un certain temps. En fait, ceci est intimement lié à l'anisotropie du gonflement et dépend du sens du coulage et du mesurage, comme le rappelle le graphe suivant.

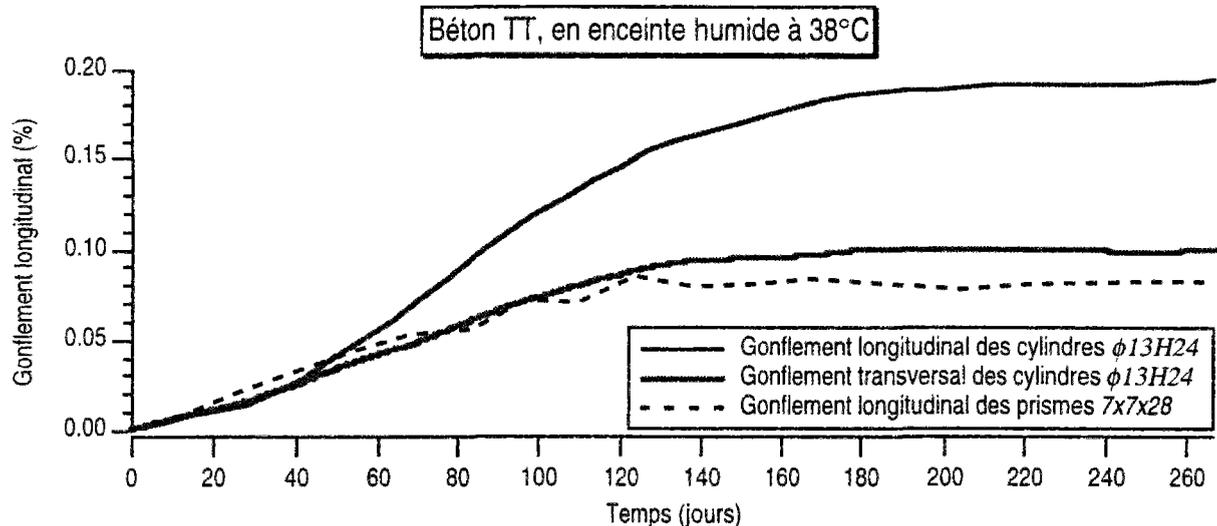


Fig. V. 14 : Influence de l'anisotropie et de la porosité sur le gonflement

Le graphe V. 14 illustre bien les remarques précédentes signalant que le gonflement longitudinal des prismes est comparable au gonflement transversal des cylindres, à cause de l'orientation de l'anisotropie liée au sens du coulage (vertical pour les prismes, horizontal pour les cylindres, tout en étant légèrement plus faible à cause de la porosité supérieure des prismes (matelassage).

Nous avons montré que le changement de régime conduisant à la divergence des courbes est concomitant à l'apparition des fissures visibles. Plus précisément, il est vraisemblablement dû à la plus grande facilité de diffusion à l'intérieur du béton fissuré. Plus l'avancement de la réaction augmente, plus le gonflement est important, plus la fissuration s'intensifie et augmente l'espace poreux, donc plus la diffusion microscopique des réactants est aisée.

Si l'on revient sur la formule II. 11 bis du chapitre II sur la modélisation, page 46, cela signifie que, comme nous en avons alors évoqué la possibilité, il faut **prendre en compte l'évolution des conditions de diffusion au fur et à mesure du développement de l'alcali-réaction**. Ceci se traduit dans la modélisation par une dépendance du coefficient k_d en fonction de l'avancement de la réaction ou, puisque nous avons montré que cela était équivalent, en fonction de la déformation d'origine chimique ϵ_{ch} (cf. page 48, formule II. 20).

En reprenant l'équation (II. 21) sous contrainte nulle, on a :

$$\mathcal{E} = \mathcal{E}_{ch} = \alpha \xi \quad \text{et} \quad \mathcal{A}(\mathcal{E}_{ch}) = \mathcal{A}_0 - \alpha \kappa \mathcal{E}_{ch} = \alpha \eta \dot{\mathcal{E}}_{ch} \quad (\text{V. 1}).$$

En posant :

$$\mathcal{E}^\infty = \frac{\mathcal{A}_0}{\alpha \kappa} \quad \text{et} \quad \lambda(\mathcal{E}_{ch}) = \frac{1}{\kappa} \eta(\mathcal{E}_{ch}) \quad (\text{V. 2})$$

on obtient l'équation différentielle :

$$\mathcal{E}^\infty - \mathcal{E}_{ch} = \lambda(\mathcal{E}_{ch}) \dot{\mathcal{E}}_{ch} \quad (\text{V. 3}).$$

Dans le chapitre II, nous avons supposé que la température agissait sur la vitesse de la réaction selon une loi d'Arrhénius, ce qui nous a conduit à l'expression de η :

$$\eta = \frac{k_d}{\alpha^2} \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (\text{II. 22})$$

Nous proposons maintenant de faire varier, le plus simplement possible, η et donc λ en fonction de \mathcal{E}_{ch} . Ces paramètres doivent être des fonctions décroissantes de \mathcal{E}_{ch} , pour traduire le fait que plus \mathcal{E}_{ch} augmente, plus la diffusion des produits de réaction est facile.

Supposons que λ soit inversement proportionnel à la déformation, c'est-à-dire :

$$\lambda(\mathcal{E}_{ch}) = \frac{a}{b + \mathcal{E}_{ch}} \quad (\text{V. 4}).$$

Les expressions (V. 2) et (II. 22) montrent que le coefficient a pourrait s'écrire sous la forme $a \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right)$. Nous reviendrons sur cet aspect, mais pour plus de simplicité, nous conservons ici la forme (V. 4).

La solution de (V. 3) est alors :

$$\mathcal{E}_{ch} = \mathcal{E}^\infty \frac{1 - e^{-\frac{t}{\tau_{carac}}}}{1 + \frac{\mathcal{E}^\infty}{b} e^{-\frac{t}{\tau_{carac}}}} \quad (\text{V. 5})$$

avec :

$$\tau_{carac} = \frac{a}{b + \mathcal{E}^\infty}. \quad (\text{V. 6})$$

On retrouve ainsi la forme en "S" des courbes de gonflement.

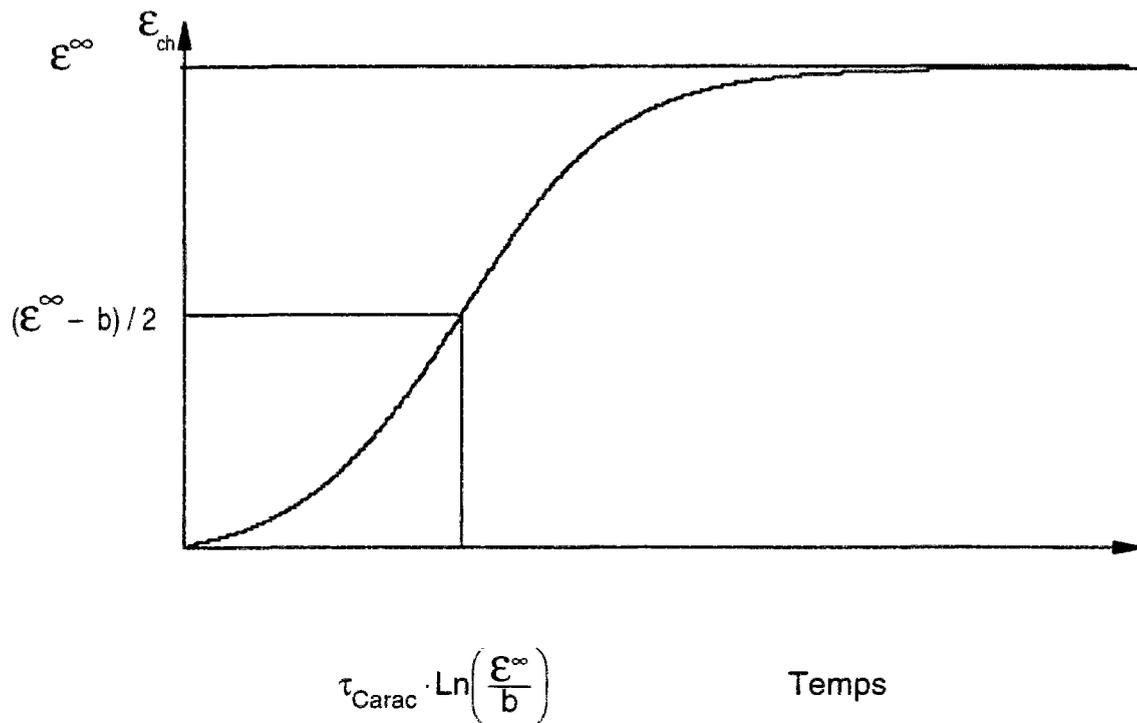


Fig. V. 15 : Modélisation des courbes en "S"

Lorsque b est grand devant ϵ^{∞} , le dénominateur de ϵ_{ch} est voisin de 1 et l'on retrouve la même courbe que dans le modèle simplifié du chapitre II. Ceci correspond à une faible évolution des conditions de diffusion au cours de l'alcali-réaction. C'est par exemple le cas d'éprouvettes de forte porosité, à cause du matelassage (voir prismes 7x7x28, graphe V. 10, page 121) ou d'une mauvaise mise en place (voir éprouvette 121, graphe V. 12 page 124), ou encore lors d'essais à forte température, pour lesquels les déformations sont rapides et la fissuration précoce.

D. CONCLUSION SUR L'ANISOTROPIE DU GONFLEMENT ET L'EFFET DE LA POROSITÉ

Le gonflement libre dû à l'alcali-réaction devient anisotrope dès l'apparition de la fissuration. Le rapport moyen entre le gonflement longitudinal (dans le sens du coulage) et le gonflement transversal est très voisin de 2. Il varie entre 1,3 et 2,8, indépendamment de la température de conservation des éprouvettes (23 ou 38°C).

Cette anisotropie du gonflement libre est due à l'**orientation privilégiée de la fissuration**, dans le sens perpendiculaire au coulage, suite :

- à la plus faible résistance du béton soumis à des efforts de traction dans cette direction,
- à la poussée plus forte exercée par les produits de réaction dans cette même direction, en raison de l'aplatissement des granulats,
- au renforcement de ces deux phénomènes après apparition de la fissuration.

Le "coefficient d'anisotropie" dépend des granulats (forme, adhérence pâte-granat), de la mise en place du béton (orientation plus ou moins marquée des granulats), et de tout facteur gênant le gonflement libre (contraintes mécaniques, armatures, etc.).

L'anisotropie du gonflement peut être masquée, et les valeurs du gonflement sensiblement diminuées, par des phénomènes comme le "**matelassage**" ou tout autre effet modifiant significativement la **porosité** des éprouvettes.

L'effet très important de la fissuration se manifeste par une **forme "en S"** des courbes de gonflement longitudinal des cylindres $\Phi 13H24$, alors que le gonflement longitudinal des prismes 7x7x28 est initialement identique, mais ne "s'emballe" pas.

Cet effet se traduit par une diffusion plus aisée au sein du béton. En prenant cet effet en compte, **on retrouve, par la modélisation, la forme en "S" des courbes de gonflement.**

CHAPITRE VI : RÔLE DE L'EAU

Aussi bien dans la littérature que d'après nos premiers résultats expérimentaux, l'eau apparaît comme l'un des paramètres les plus importants du développement de l'alcali-réaction.

Nous avons cherché ici à préciser son rôle, ainsi que l'origine du gonflement consécutif à l'alcali-réaction. Nous avons distingué pour cela les effets cinétiques des effets portant sur l'amplitude du phénomène.

La reproductibilité des éprouvettes dépend de nombreux paramètres, dont :

- 1) la température et l'hygrométrie de la salle de coulage,
- 2) l'homogénéité des matériaux,
- 3) le malaxage,
- 4) la mise en place,
- 5) la cure,
- 6) les conditions de conservation.

Parmi ces paramètres, certains sont facilement maîtrisables (par exemple, le malaxage et les conditions de cure font l'objet de modes opératoires précis et aisément répétables) ; certains ne le sont pas du tout, par nature (hétérogénéité des granulats), ou par manque de moyens (salle de coulage non climatisée) ; pour les autres, nous avons pris le maximum de précautions pour rendre les éprouvettes de même formulation aussi "identiques" que possible (conservation du ciment sous triple protection et analyses de contrôle, mise en place soignée du béton, suivi de la température et des apports d'eau dans les enceintes de conservation, etc...)

Il faut pourtant toujours garder à l'esprit que chaque éprouvette a ses caractéristiques propres qui peuvent lui conférer un comportement atypique par rapport à d'autres, pourtant théoriquement identiques. Par exemple, nous avons vu dans le chapitre V que le gonflement dépend fortement de la porosité et que, au sein d'une même éprouvette, les gonflements mesurés en différents points peuvent être très dispersés.

C'est en "compilant" les résultats obtenus sur un grand nombre d'échantillons que l'on peut faire la part des observations anecdotiques et des phénomènes avérés. Dans ce chapitre, nous nous efforcerons d'associer les informations issues du suivi de lots d'éprouvettes et de cas particuliers issus de ces lots.

A. GONFLEMENT ASYMPTOTIQUE

I. Influence de la quantité d'eau absorbée

Sur les éprouvettes cylindriques $\Phi 13H24$, nous obtenons très généralement une bonne corrélation entre la prise de poids des éprouvettes et leur gonflement. Plus les éprouvettes absorbent d'eau et plus leur gonflement final est élevé. Voici tout d'abord l'exemple de trois éprouvettes, que nous avons situées au sein du fuseau des éprouvettes de mêmes caractéristiques.

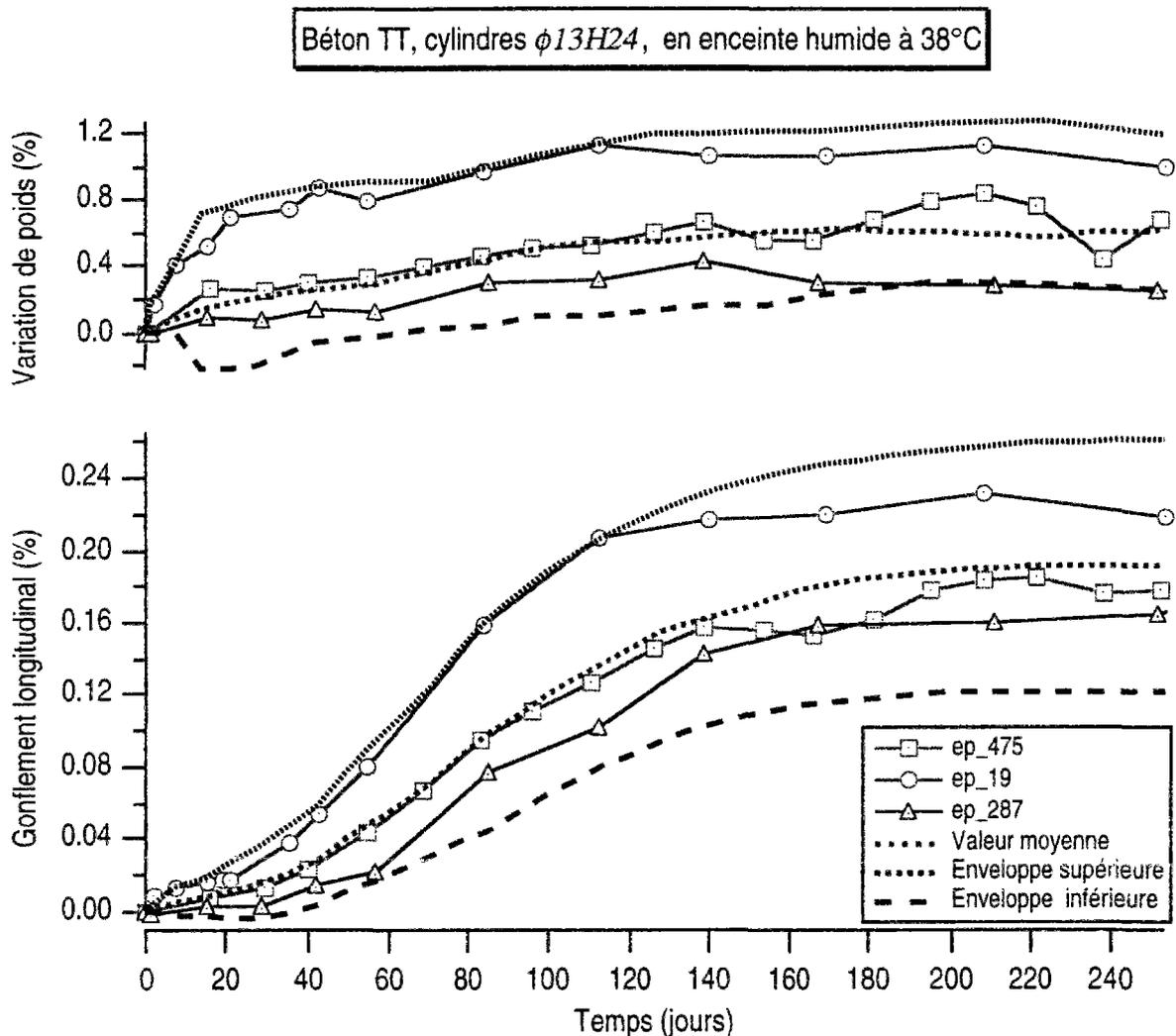


Fig. VI. 1 : Gonflement longitudinal et prise de poids d'éprouvettes en enceinte humide

Le positionnement des différentes courbes de gonflement est cohérent par rapport à celui des courbes de variations de poids correspondant.

De façon plus générale, on retrouve le même résultat en comparant les lots d'éprouvettes conservés en enceinte humide, en réacteur et dans l'eau.

(valeurs en %)	en enceinte	en réacteur	dans l'eau
Prise de poids	0,63	0,80	1,12
Gonflement asymptotique	0,198	0,280	0,353

Tableau VI. 1 : Valeurs moyennes des gonflements asymptotiques et prises de poids

Ainsi, pour des bétons compacts, ayant des porosités voisines, plus le béton absorbe d'eau, plus il gonfle¹.

II. Influence de l'historique des apports d'eau

Il s'agit de savoir comment une éprouvette réagit lorsque l'eau extérieure n'est pas immédiatement disponible. En effet, l'hydratation normale du ciment fait augmenter les caractéristiques mécaniques du béton et le rend donc plus apte à résister aux contraintes internes générées par la formation des produits de réaction. Ce phénomène est-il important ou négligeable ?

La réponse n'est pas triviale, car le potentiel de gonflement dépend également de la quantité de silice réactive disponible, or la fourniture de granulats est par nature hétérogène (tout spécialement dans le cas des granulats du Tournaisis provenant du stock de référence que nous avons utilisé).

Prenons l'exemple d'une éprouvette réactive (béton TT), initialement conservée sous aluminium, en alternance en enceinte humide et à l'air libre dans la salle à 38°C.

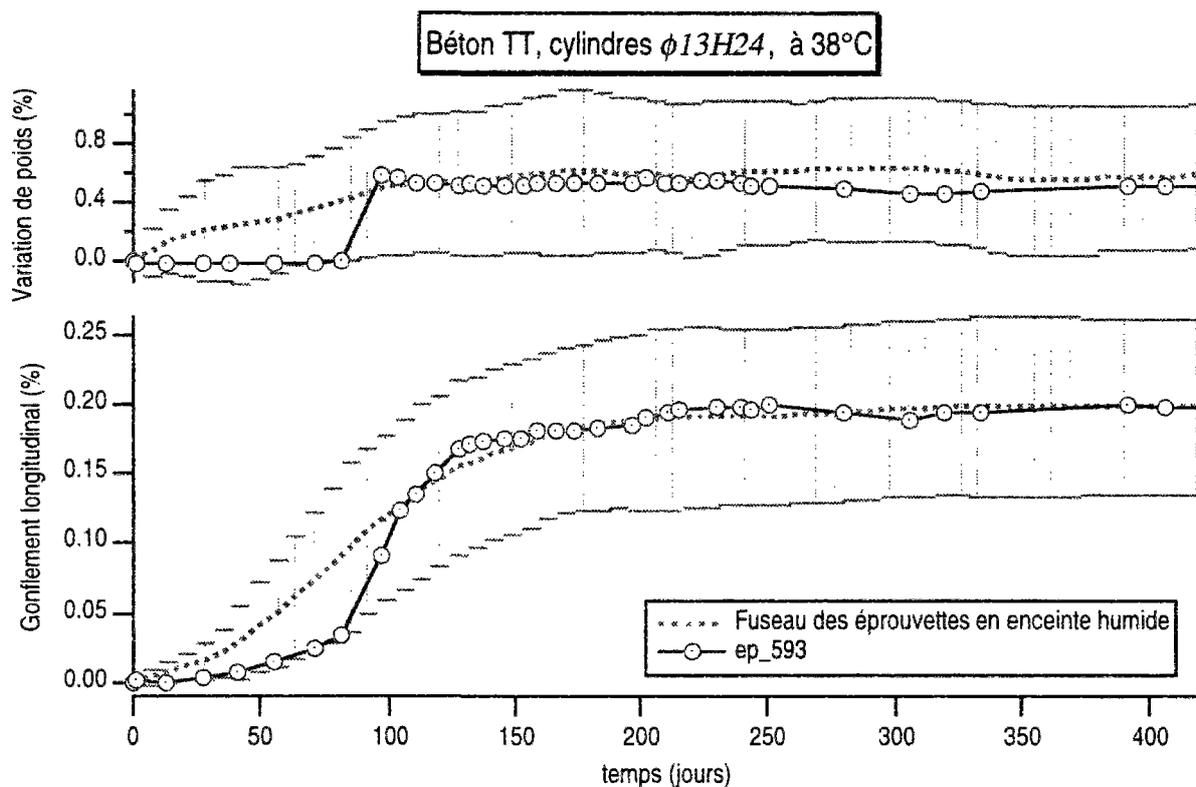


Fig. VI. 2 : Réponse d'une éprouvette à une prise de poids tardive (82 jours)

Soumise à une arrivée d'eau brutale après 82 jours d'évolution à poids constant², cette éprouvette se met rapidement à gonfler et rejoint, tout comme sa prise de poids, la valeur moyenne des éprouvettes conservées en enceinte humide.

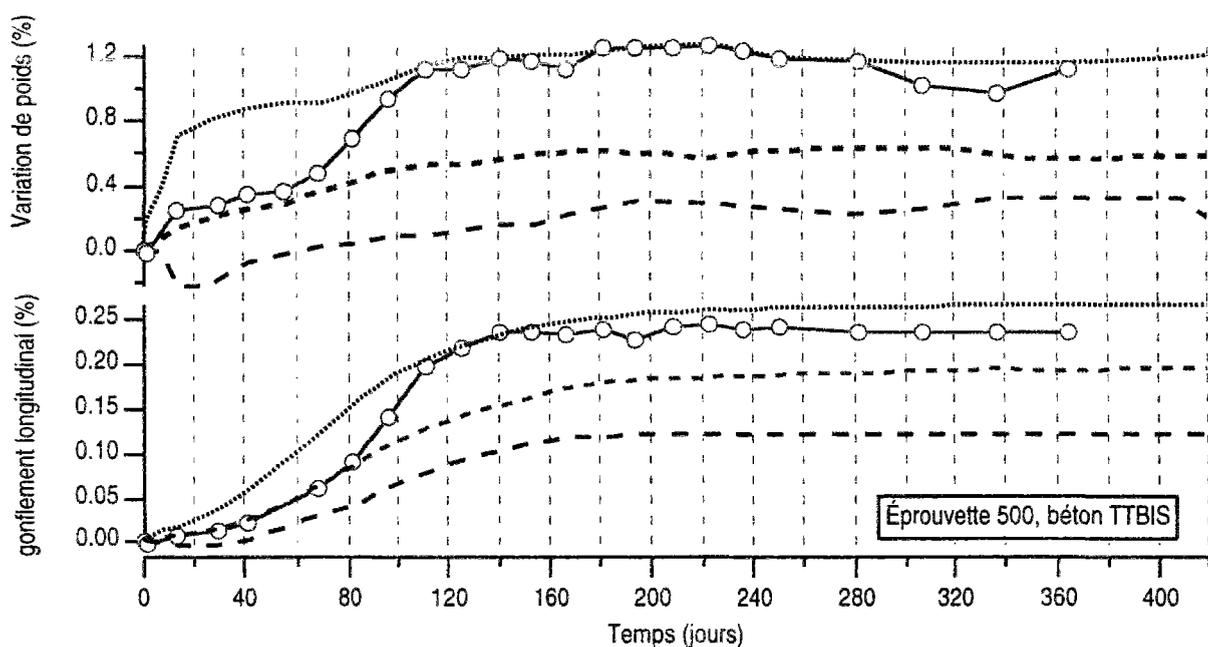
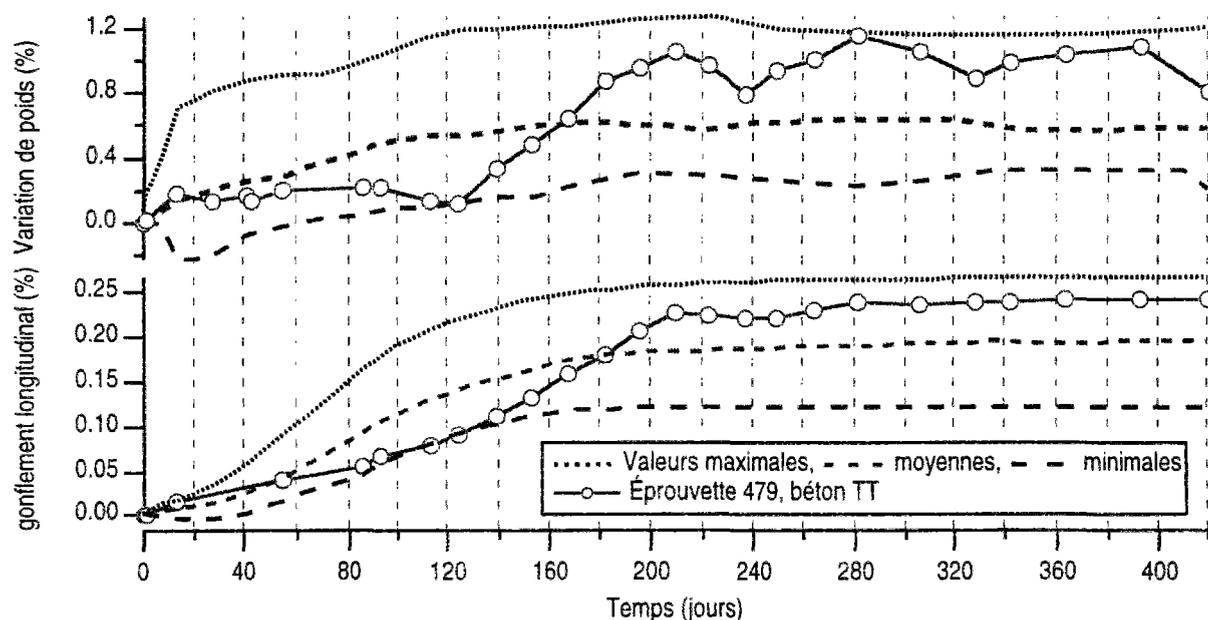
¹ Par contre, ceci est faux, entre autre, pour les prismes 7x7x28 pour lesquels l'épaisseur de matelassage est importante par rapport à la hauteur de l'échantillon (voir graphe IV. 11 page 107).

² Suite à un défaut d'étanchéité de la protection en aluminium, lors d'un séjour en enceinte humide.

En 82 jours, la résistance en compression du béton TT conservé en enceinte humide passe d'une valeur moyenne de 43 MPa à 54 MPa (cf. tableau IV. 2 page 95). L'augmentation de la résistance en compression se poursuit ensuite pendant au moins 658 jours, jusqu'à 73 MPa.

Pendant cette même période de 82 jours, la résistance en traction par fendage augmente (de 3,5 MPa à 4,1 MPa) et sa valeur se stabilise à ce niveau.

D'autres exemples montrent que, malgré une telle évolution des résistances, le gonflement n'est pas significativement réduit en cas d'apport d'eau tardif. Les graphes suivants présentent le comportement de cylindres $\Phi 13H24$ conservés en enceinte humide à 38°C, comparé aux valeurs moyennes et extrêmes d'éprouvettes "identiques" (même composition, mêmes conditions de conservation).



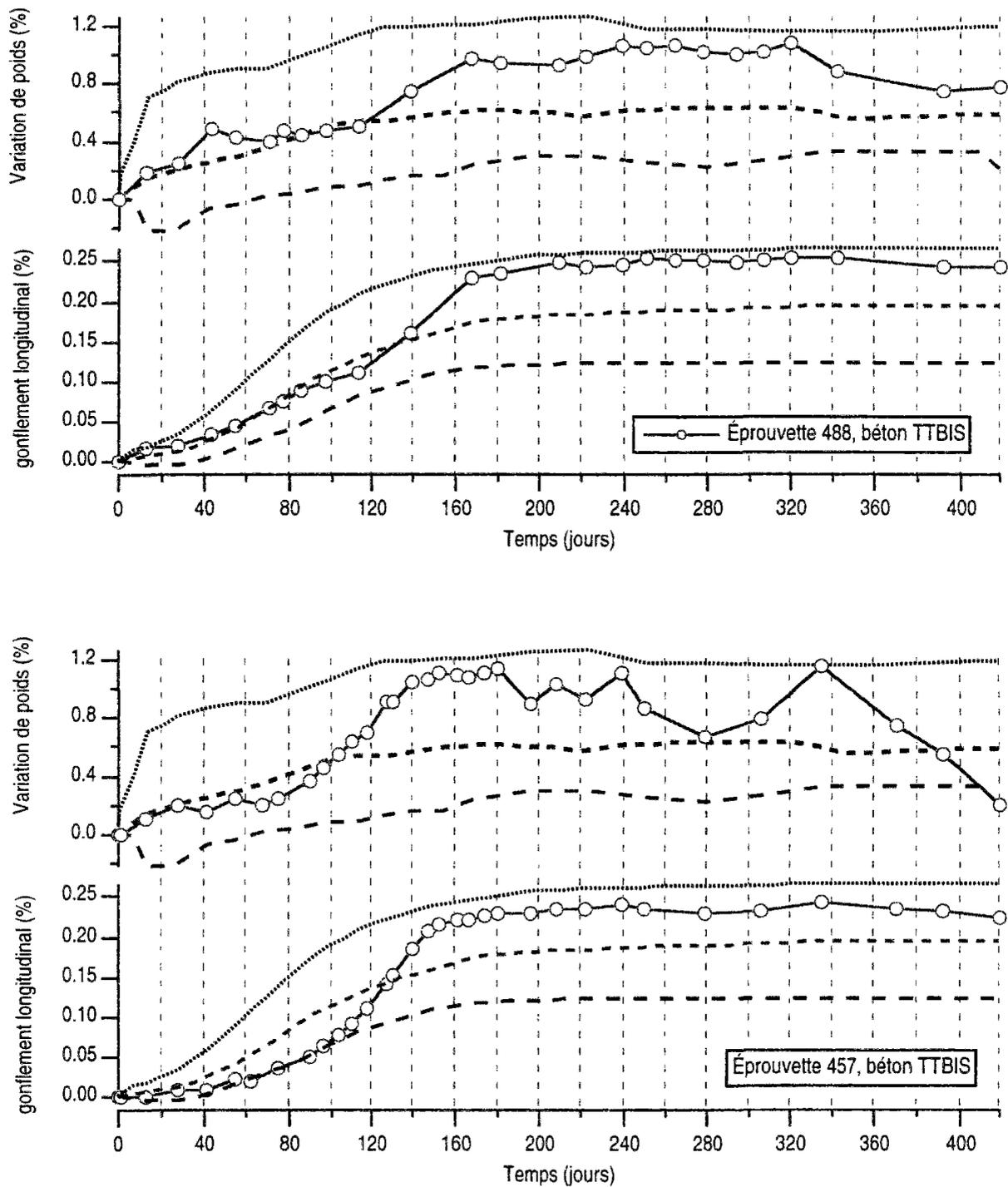


Fig. VI. 3 : Exemples de gonflements tardifs de cylindres $\Phi 13H24$ en enceinte humide à 38 °C

Finalement, on constate que le gonflement peut se produire, même sur des éprouvettes ayant atteint leurs caractéristiques mécaniques maximales³.

³ Nous avons également réalisé des essais sur des éprouvettes en béton haute performance dont l'une a atteint des déformations supérieures à 0,2%, ce qui confirme que le gonflement peut se produire malgré des résistances élevées.

III. Effet de l'eau non consommée par l'hydratation

Nous avons vu que le gonflement est d'autant plus important que la quantité d'eau disponible est grande. Il faut toutefois remarquer que l'eau de gâchage "résiduelle"⁴ permet de former suffisamment de produits de réaction pour que des bétons sans apport extérieur d'eau présentent des déformations susceptibles d'engendrer des désordres dans les ouvrages.

Pour maintenir à poids constant des éprouvettes $\Phi 13H24$, nous les avons enveloppées dans un film plastique alimentaire recouvert de deux couches d'aluminium autocollant et nous les avons stockés à l'air ambiant, dans la salle climatisée à 38°C. Leurs variations dimensionnelles ont été suivies en découpant l'aluminium recouvrant les plots d'extensométrie pour permettre la mesure, puis en rebouchant l'orifice par deux nouvelles épaisseurs d'aluminium. L'hygrométrie variant entre 35 et 50%, la plupart des éprouvettes ont perdu du poids, à cause d'une mauvaise étanchéité des pastilles autocollantes.

Observons les déformations correspondant à un poids quasi constant.

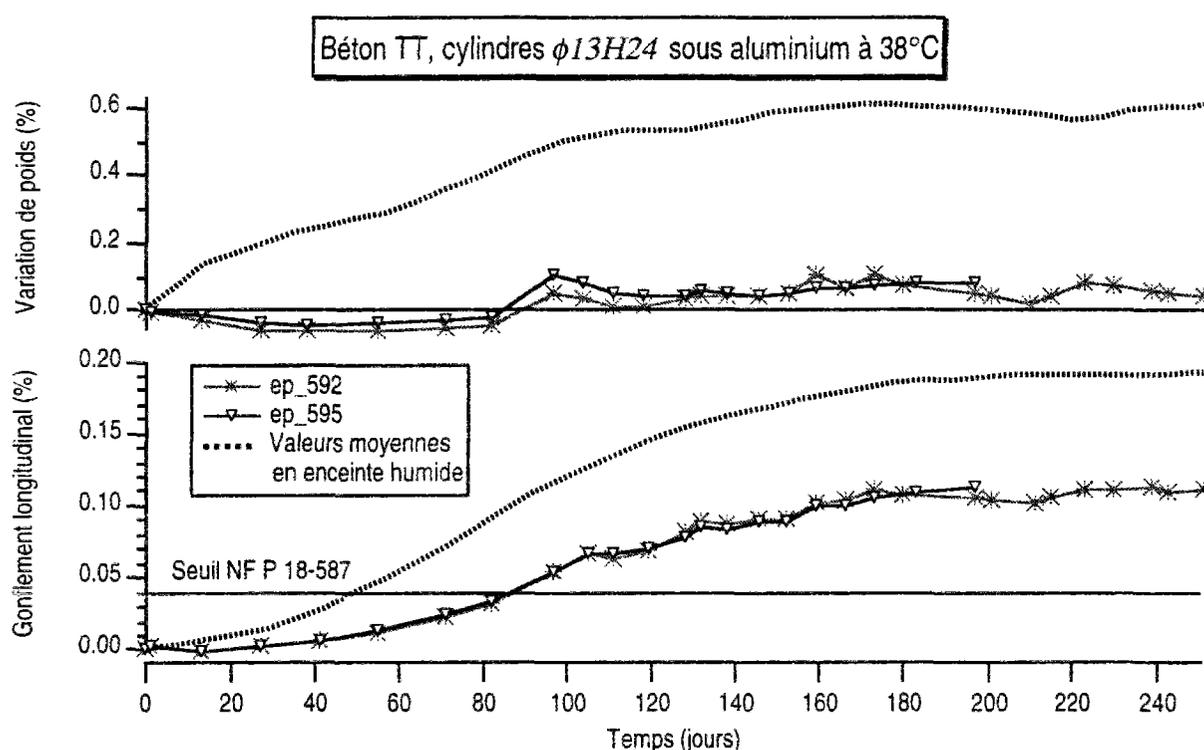


Fig. VI. 4 : Gonflement longitudinal sans apport d'eau extérieur

Le gonflement est environ deux fois plus faible que celui d'éprouvettes stockées en enceinte humide (0,1% contre 0,2%). Néanmoins, une telle valeur n'est pas admissible sur les structures.

D'autres éprouvettes ont été stockées 6 mois sous aluminium avant d'être transférées en enceinte humide.

⁴ Disponible après hydratation du ciment

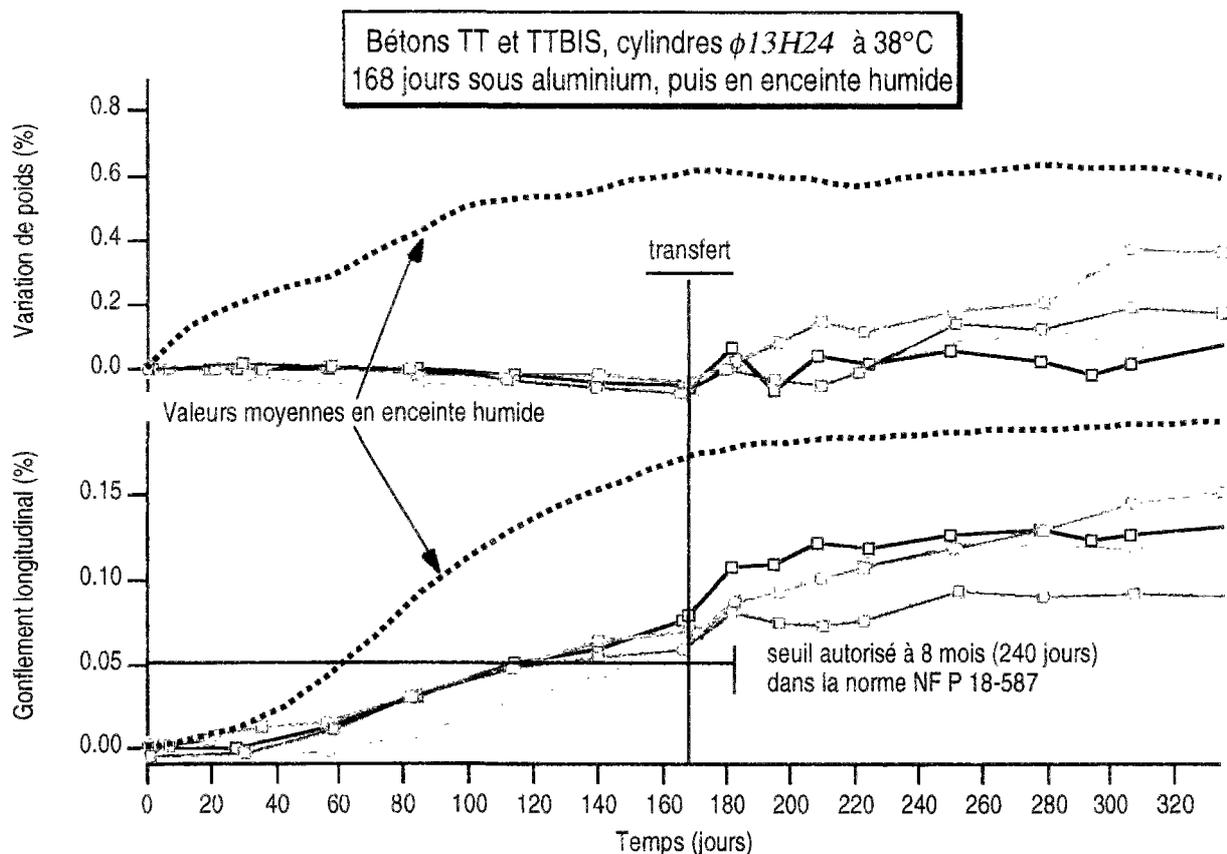


Fig. VI. 5 : Effet de l'eau de gâchage résiduelle

Nous constatons sur le graphe précédent que, en 6 mois sous aluminium, le gonflement a déjà dépassé le seuil autorisé à 8 mois par la norme NF P 18-587 et considéré comme une limite au-delà de laquelle des désordres sur ouvrages sont plausibles [Wood. 1986].

Par ailleurs, des désordres sur ouvrages ont déjà été observés, par exemple sur un caisson de centrale nucléaire, abrité par un bâtiment réacteur, dont les épaisseurs atteignent 4 à 6 mètres. Son gonflement a été détecté 4 ans après sa construction, malgré le fluage provenant de la précontrainte de l'ouvrage [Magne. 1996].

B. ORIGINE DU GONFLEMENT

I. Rappel du scénario de gonflement osmotique

Nous avons vu, au terme de l'étude bibliographique du chapitre I, que l'origine du gonflement consécutif à l'alcali-réaction est classiquement attribué au caractère hydrophile des produits de réaction qui se forment dans le béton.

Rappelons les deux étapes proposées par Diamond, toutes deux localisées au niveau des sites réactionnels [Diamond et al. 1981]:

- 1) formation d'un gel contenant déjà une certaine quantité d'eau
- 2) absorption d'eau dans le gel, par osmose.

Le gonflement se produirait lors de l'étape 2 et se poursuivrait tant que le gel ne peut se disperser loin des lieux de sa formation.

La forme en "S" des courbes de gonflement serait due à la succession dans le temps de ces deux étapes :

- 1) réaction chimique sans gonflement
- 2) gonflement *a posteriori* du produit formé.

Ce scénario ne semble pas vérifié par nos expérimentations.

II. Forme en "S" des courbes de gonflement

La forme en "S" des courbes de gonflement dépend de la géométrie des éprouvettes. Nous ne l'obtenons pas pour les prismes $7 \times 7 \times 28$ et son origine, pour les cylindres $\Phi 13H24$, a été identifiée dans le chapitre V, paragraphe C. III., page 127.

Rappelons très brièvement qu'elle provient de l'orientation de la fissuration par rapport à la mesure des déformations. Cette fissuration facilite la pénétration de l'eau et la micro-diffusion des réactants au sein du béton, augmentant ainsi la vitesse de gonflement. Cette idée a été "mise en équation" dans ce même paragraphe C. III et permet de retrouver la forme sigmoïdale des courbes de gonflement, sans faire appel à des phénomènes osmotiques qui d'après les expérimentations suivantes ne nous paraissent pas prépondérants.

III. Réponse à l'immersion

D'après le mécanisme proposé par Diamond, il faut une certaine quantité d'eau pour former le gel de réaction, puis de l'eau supplémentaire pour que le gel formé gonfle. Que cette eau arrive rapidement après la formation du gel n'a théoriquement pas d'importance. Une éprouvette dont le gonflement a été limité par manque d'eau devrait donc rattraper son retard lorsqu'on lui fournit de l'eau à volonté.

Pour vérifier cela, après un séjour de 448 jours en enceinte humide, nous avons immergé dans l'eau trois cylindres réactifs $\Phi 13H24$ dont la prise de poids, et par conséquent le gonflement, étaient faibles.

Nous avons réalisé les mêmes opérations sur des éprouvettes non réactives. Ces éprouvettes ont été coulées 21 jours après les éprouvettes réactives. Nous les avons déplacées en même temps que les éprouvettes réactives, de façon à ce qu'elles soient soumises exactement aux mêmes conditions de conservation (température et humidité). Sur le graphe suivant, pour une meilleure lisibilité des résultats, nous avons décalé l'abscisse des éprouvettes non réactives de 21 jours.

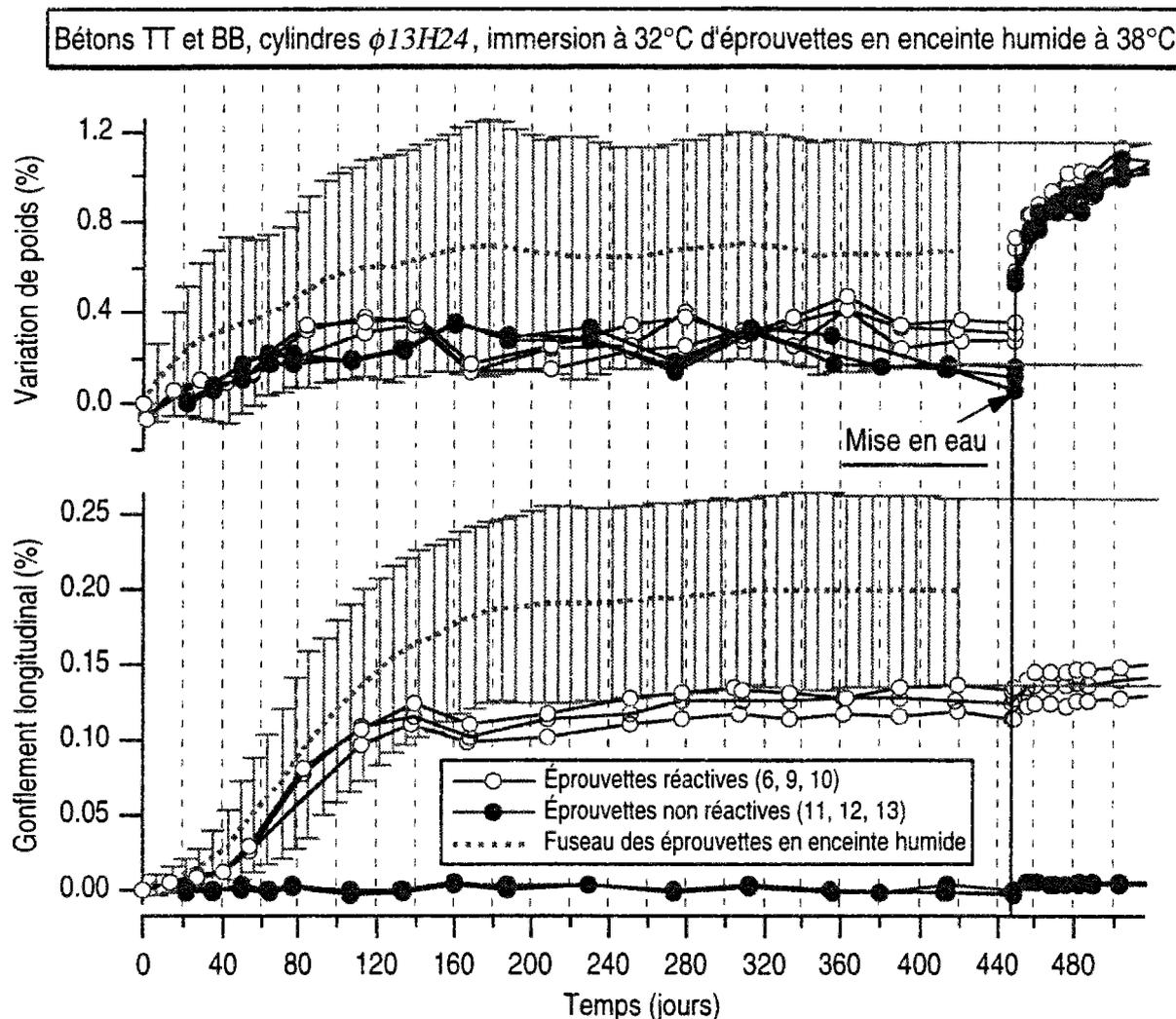


Fig. VI. 6 : Réponse à l'immersion d'éprouvettes en enceinte humide

Le graphe VI. 6 atteste que nous n'avons pas du tout assisté à un redémarrage important des déformations malgré une prise d'eau atteignant la valeur maximale des éprouvettes de même type conservées en enceinte humide (égale à celle des éprouvettes immergées).

On constate de plus que les éprouvettes non réactives présentent également un léger gonflement dû à l'absorption d'eau par le béton. Le suivi d'autres éprouvettes non réactives (cf. Fig. VI. 7), soumises après seulement 168 jours d'essais sous aluminium à un transfert en enceinte humide, montre que l'absorption d'eau n'explique pas, à elle seule, le comportement des éprouvettes réactives lors de leur immersion.

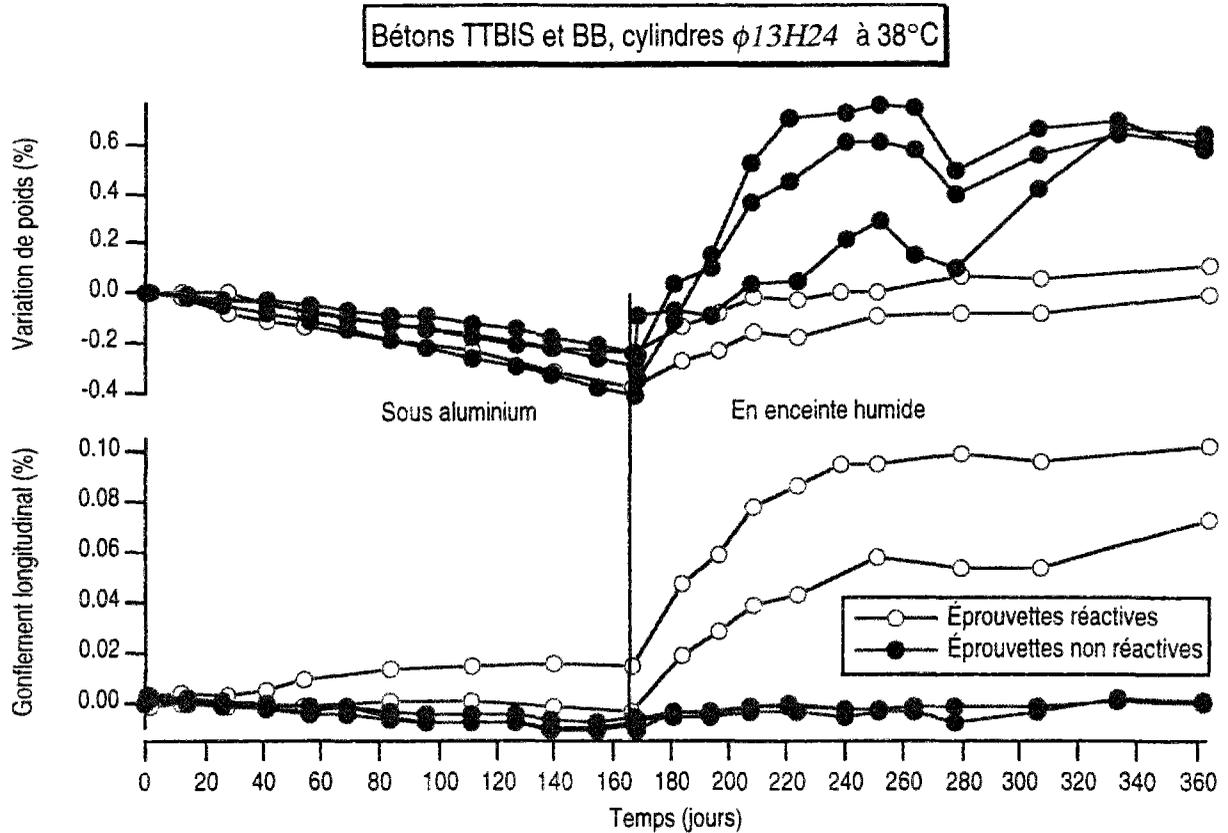


Fig. VI. 7 : Réponse à l'immersion d'éprouvettes initialement sous aluminium

Le graphe VI. 7 montre que les déformations des éprouvettes non réactives peuvent être insignifiantes par rapport à celles d'éprouvettes réactives⁵. Le gonflement de ces dernières est donc bien spécifique de l'alcali-réaction.

Détaillons sur le graphe suivant la phase "en eau" des essais d'immersion du graphe VI. 6.

⁵ Remarque : la prise de poids plus élevée des éprouvettes non réactives est accidentelle, suite au fonctionnement de nos enceintes humides. Il y a bien, dans ce cas, absorption d'eau sans gonflement.

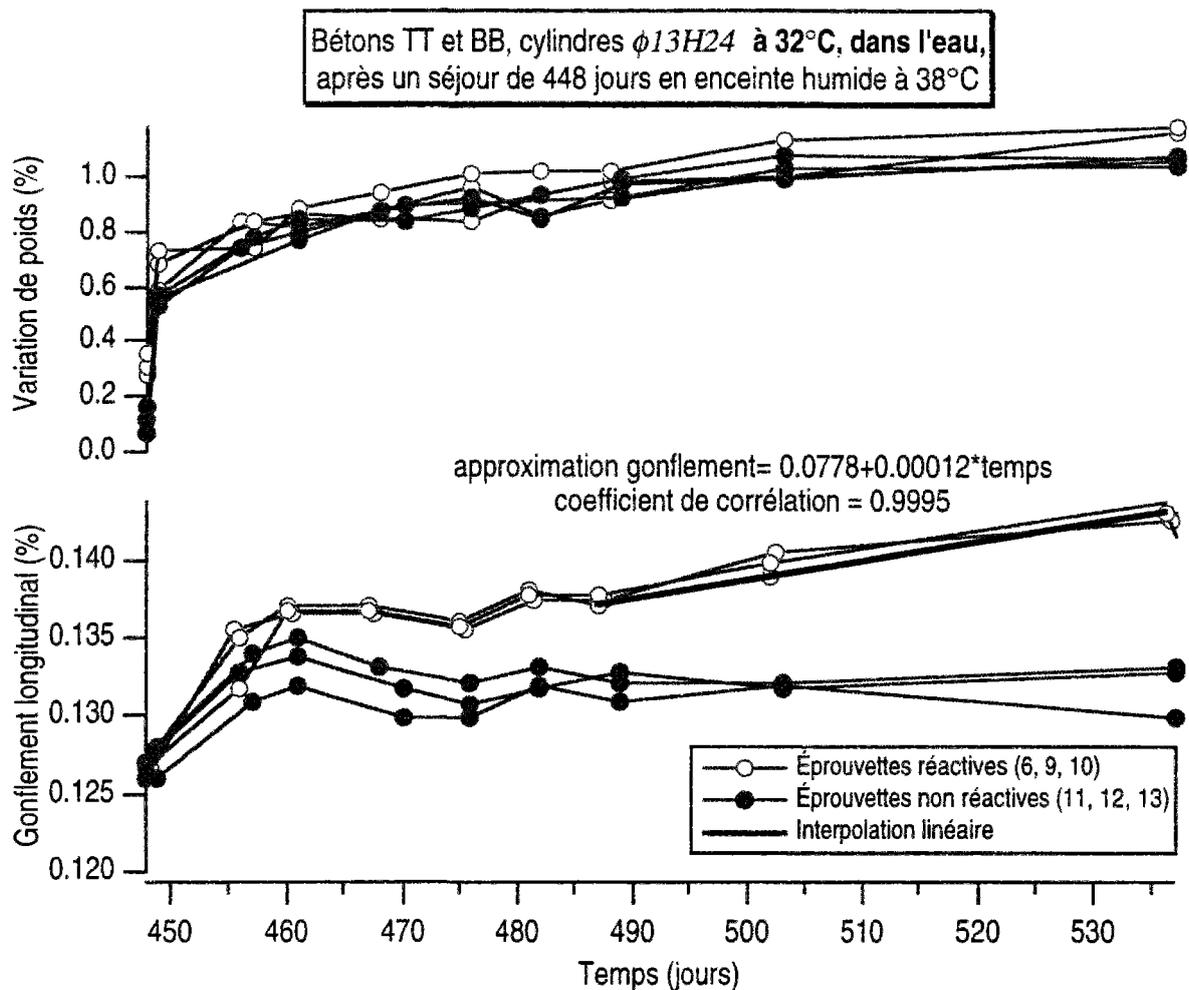


Fig. VI. 8 : Phase en eau d'un essai d'immersion d'éprouvettes initialement en enceinte humide

Nous constatons que, pour des prises de poids équivalentes, la progression de l'expansion est de +13 à +15% pour les éprouvettes réactives, alors qu'elle est de +4% pour les éprouvettes non réactives (en rapportant leur augmentation de déformation à la même expansion de référence). **Les quelques 10% d'écart entre le gonflement des éprouvettes réactives et non réactives correspondent vraisemblablement au caractère hydrophile des produits d'alcali-réaction, mais cela ne représente pas la cause majeure du gonflement.**

Ces observations vont dans le même sens que les résultats obtenus par Michaud lors d'essais simulant l'alcali-réaction et montrant que l'ordre de grandeur des pressions osmotiques est tout-à-fait insuffisant pour engendrer des déformations telles que celles des bétons [Michaud. 1995].

Remarquons par ailleurs que la microscopie électronique à balayage permet d'affirmer que l'évolution vers la cristallisation des produits de réaction n'est pas responsable de la faiblesse du gonflement lors de l'immersion. En effet, nous avons observé, sur des éprouvettes réactives âgées de 12 et 16 mois, de grandes quantités de produits d'alcali-réaction sous forme de gels ou de précipités, qui sont les formes que l'on rencontre sur des éprouvettes plus jeunes.

Nous constatons également sur le graphe VI. 8 que le gonflement des éprouvettes réactives n'est pas stabilisé alors que celui des éprouvettes non réactives l'est. Néanmoins, sa pente est très faible et si ce gonflement se poursuivait de manière linéaire, il faudrait près de trois ans pour atteindre le gonflement moyen des éprouvettes conservées en enceinte humide.

De plus, on peut affirmer que le gonflement ne va pas continuer à augmenter linéairement. En effet, nous avons également immergé deux éprouvettes conservées tout d'abord pendant 168 jours sous aluminium, puis 200 jours en enceinte humide. Le graphe suivant montre la réponse de ces éprouvettes lors de leur immersion.

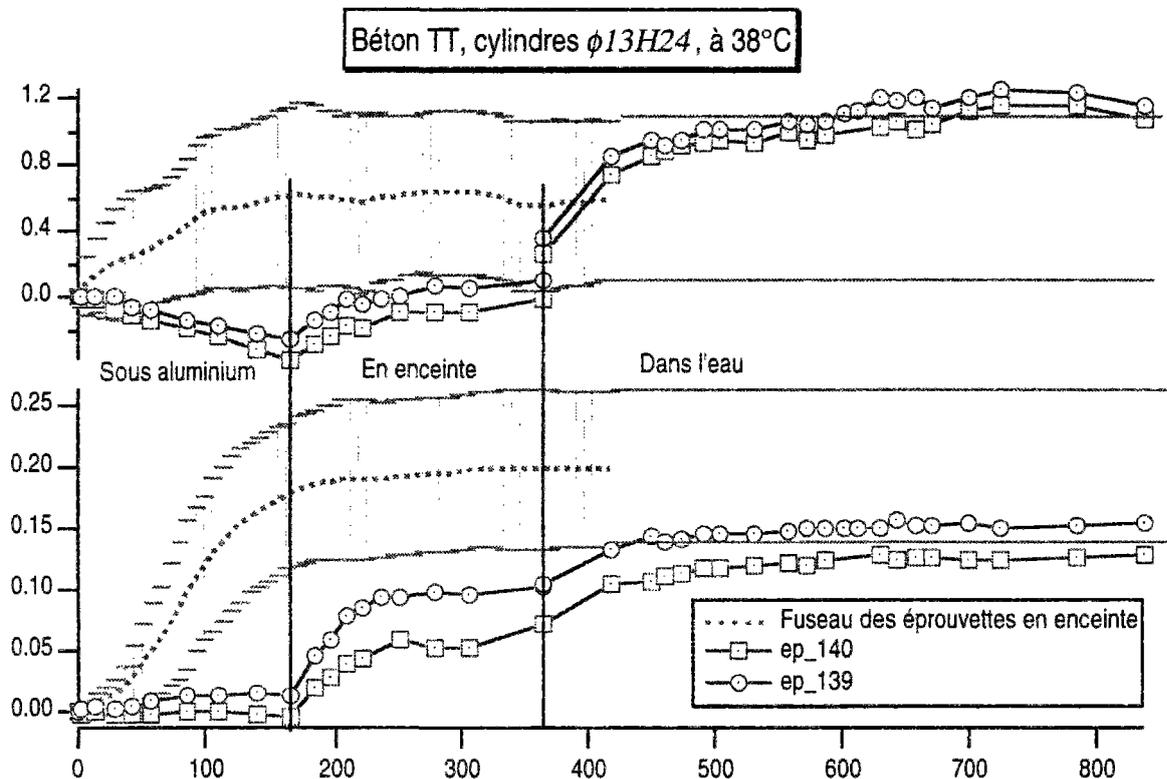


Fig. VI. 9 : Réponse à l'immersion d'éprouvettes initialement sous aluminium, puis en enceinte humide

Leur gonflement n'a jamais atteint la valeur correspondant à la prise de poids finale des éprouvettes.

D'autre part, en comparant le gonflement après immersion des deux types d'éprouvettes réactives (conservées tout d'abord sous aluminium ou en permanence en enceinte humide), nous constatons que le gonflement des premières est plus important que celui des secondes, comme le montre le graphe suivant.

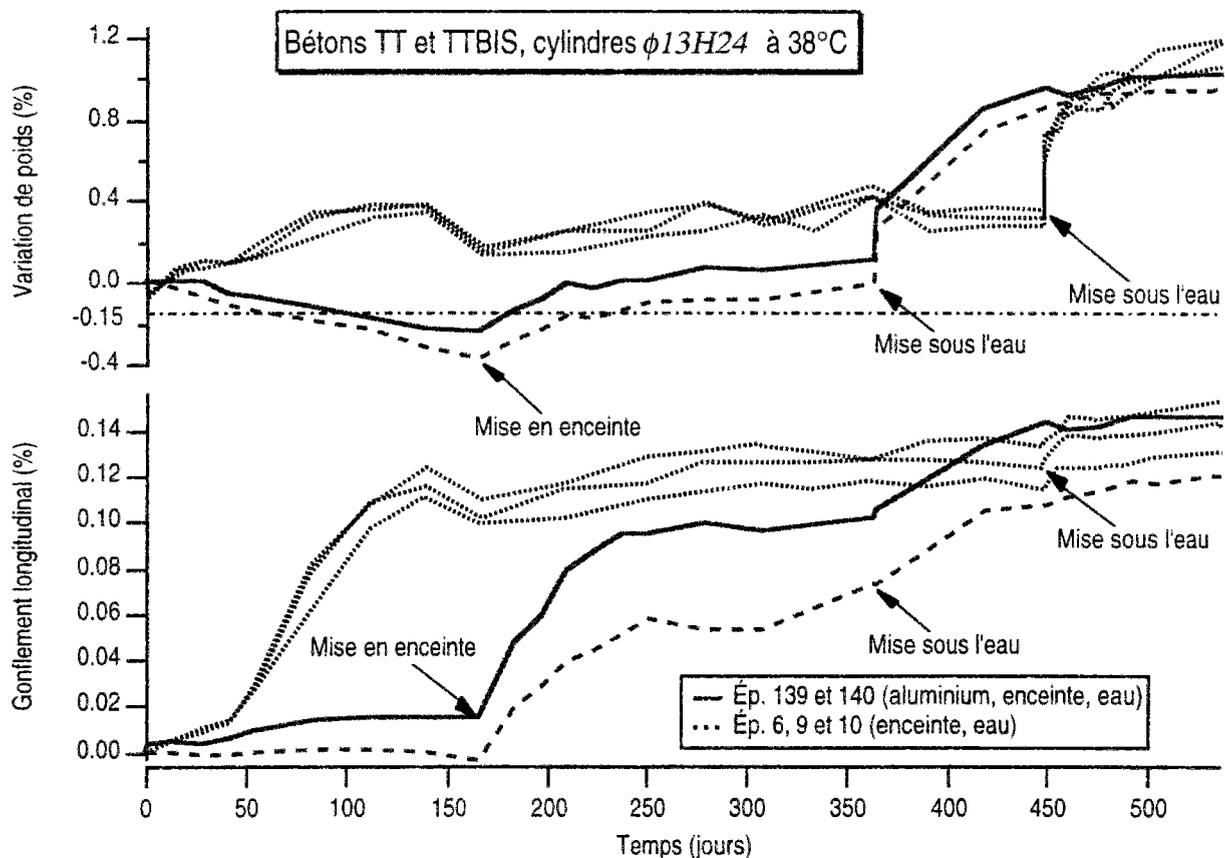


Fig. VI. 10 : Comparaison de la réponse à l'immersion de cylindres $\Phi 13H24$

Le gonflement est, asymptotiquement, du même ordre mais son augmentation lors de l'immersion est nettement plus importante pour les éprouvettes 139 et 140 (aluminium, enceinte, eau) que pour les éprouvettes 6, 9, 10 (enceinte, eau). La différence entre les deux séries d'éprouvettes réside dans le fait que les éprouvettes 139 et 140 ont perdu du poids pendant leur séjour sous aluminium.

On peut donc en déduire que – à partir d'une certaine perte de poids – le potentiel de gonflement demeure intact car la solubilisation de la silice est empêchée : l'eau ne peut plus jouer son rôle de véhicule des agents réactifs.

Au contraire, si le poids diminue suffisamment peu, qu'il reste constant ou augmente, la solubilisation de la silice peut se dérouler. Si la quantité d'eau disponible au moment de la formation des produits de réaction est importante, le gonflement le sera aussi, il sera faible dans le cas contraire. Ainsi, l'eau agit alors non seulement en tant que milieu réactionnel, mais aussi comme réactif.

Même si l'on rajoute de l'eau *a posteriori*, le gonflement qui n'a pas eu lieu lors de la formation des produits n'est jamais rattrapé.

D'autres résultats expérimentaux permettent d'étayer ces affirmations.

IV. Effet de seuil

Observons sur le graphe suivant le comportement d'éprouvettes de béton à 38°C, soumises à une perte de poids progressive.

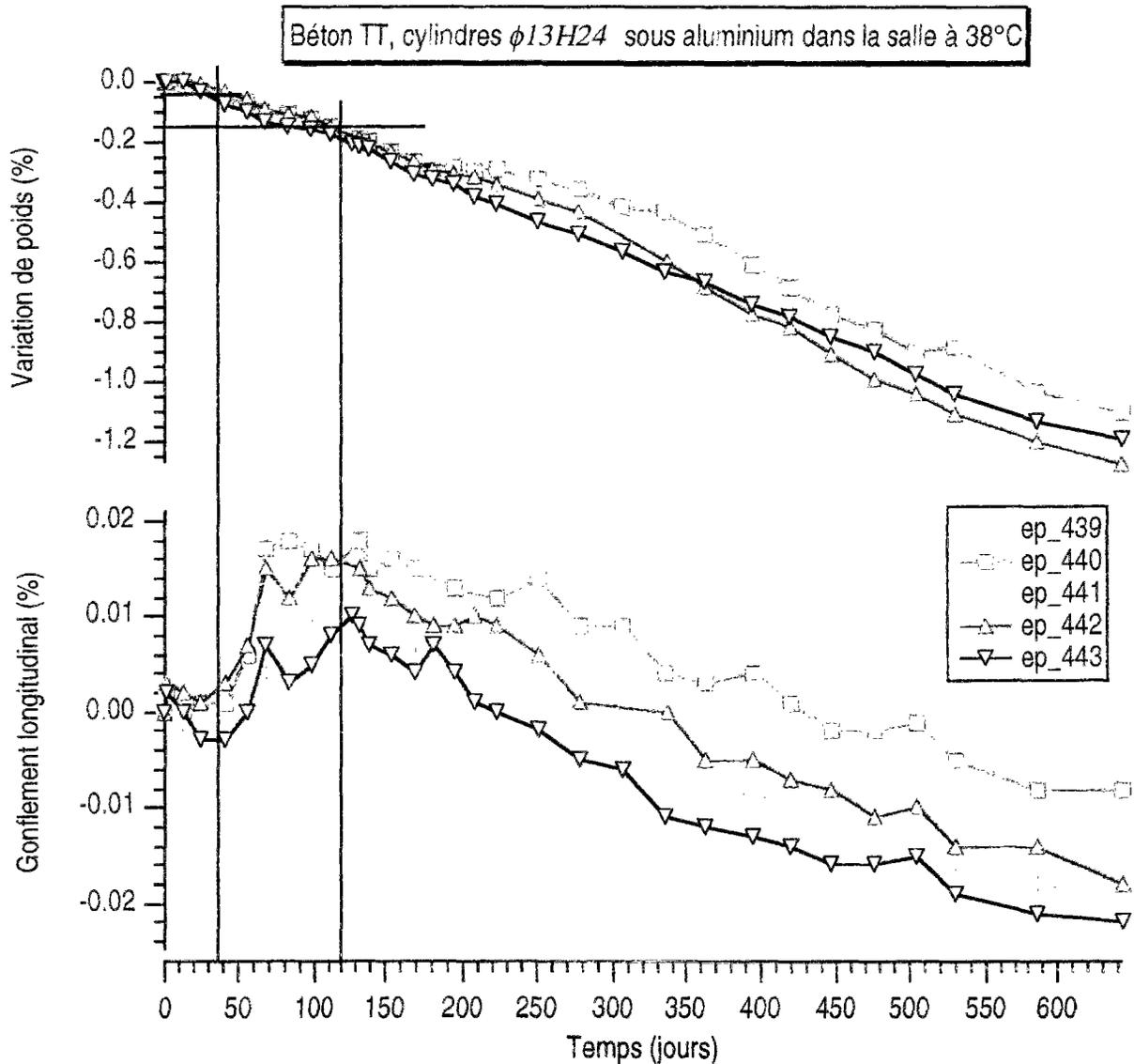


Fig. VI. 11 : Gonflement longitudinal et variations de poids d'éprouvettes sous aluminium à 38°C

Nous constatons que, de 40 à 120 jours environ, les éprouvettes du graphe VI. 11 présentent un léger gonflement. Durant cette période, leur perte de poids est inférieure à - 0,15%.

Observons maintenant des éprouvettes dans les mêmes conditions mais à 23°C.

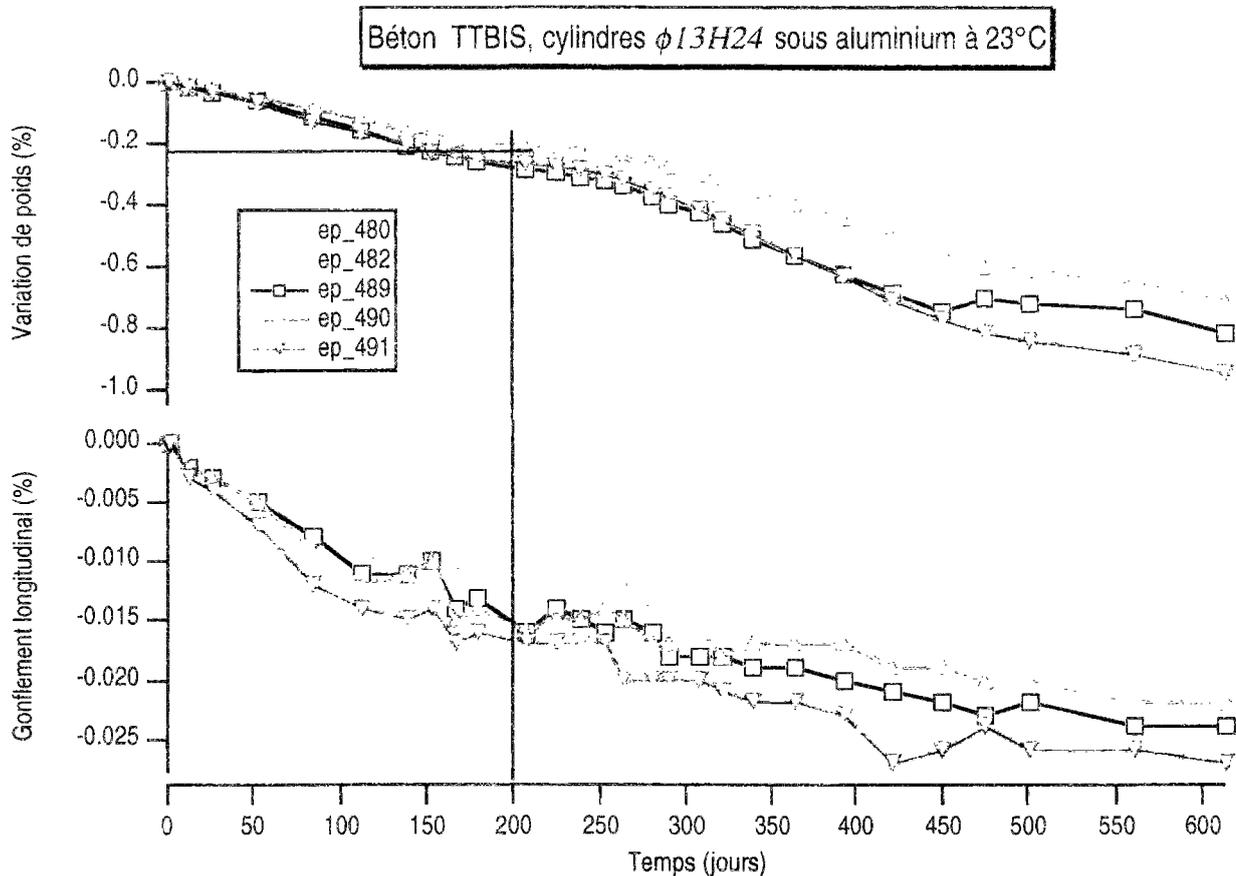


Fig. VI. 12 : Gonflement longitudinal et variations de poids d'éprouvettes sous aluminium à 23°C

À aucun moment durant les 600 jours d'essais, on n'observe de gonflement. Or, d'après les courbes de solubilisation de la silice en milieu alcalin (de concentration équivalente à la concentration de la solution interstitielle du béton TT), l'avancement de la réaction obtenu après 40 jours à 38°C est obtenu après 200 jours à 23°C⁶. À cette échéance, la perte de poids des éprouvettes a légèrement dépassé 0,2%.

Nous avons vu que l'évolution des caractéristiques mécaniques au cours du mûrissement du béton n'empêche pas le gonflement des éprouvettes, nous en déduisons que la réaction chimique a été bloquée par manque d'eau.

Le graphe suivant montre la relation entre le gonflement et la prise de poids de nombreuses éprouvettes, après 6 mois d'essais de gonflement libre, dans différentes conditions de conservation.

⁶ Ces courbes seront présentées sur le graphe IV. 28 page 141.

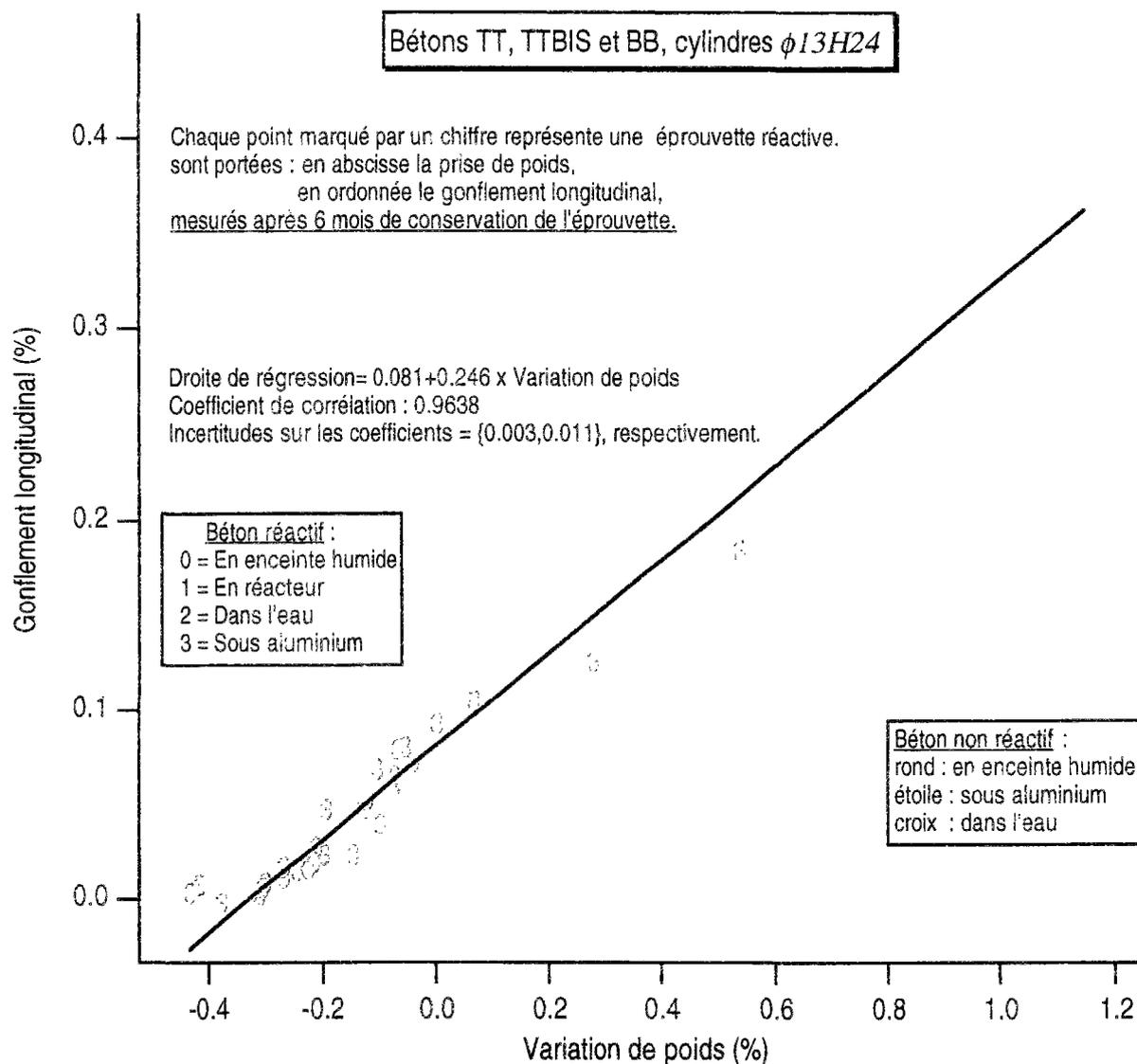


Fig. VI. 13 : Corrélation entre les gonflements longitudinaux et les variations de poids

Sur le graphe VI. 13, nous avons tracé la droite de régression obtenue par interpolation linéaire à partir des éprouvettes conservées en réacteur (représentées par le chiffre 1), dans l'eau (chiffre 2) et sous aluminium (chiffre 3), en excluant les éprouvettes en enceinte humide (chiffre 0). La valeur élevée du coefficient de corrélation ($> 0,96$) montre que, pour une formulation donnée, l'eau est un des principaux paramètres gouvernant le gonflement.

Les éprouvettes conservées en enceinte humide (représentées par le chiffre 0) forment un nuage de points plus dispersés autour de la droite de régression. Ceci provient, d'une part, du fait que l'historique des apports d'eau module le gonflement et que les valeurs affichées sur le graphe VI. 13 sont des photographies instantanées d'une éprouvette à l'échéance de 6 mois, d'autre part, que le gonflement n'est pas purement et simplement proportionnel aux variations de poids.

Si nous reprenons les déformations et les variations de poids d'éprouvettes en enceinte et que nous éliminons le temps entre ces deux grandeurs, c'est-à-dire que nous traçons un graphe semblable au graphe VI. 13 mais au lieu de prendre beaucoup d'éprouvettes à une échéance donnée, nous prenons quelques

échantillons à toutes les échéances de mesure, nous obtenons les résultats présentés sur les graphes suivants.

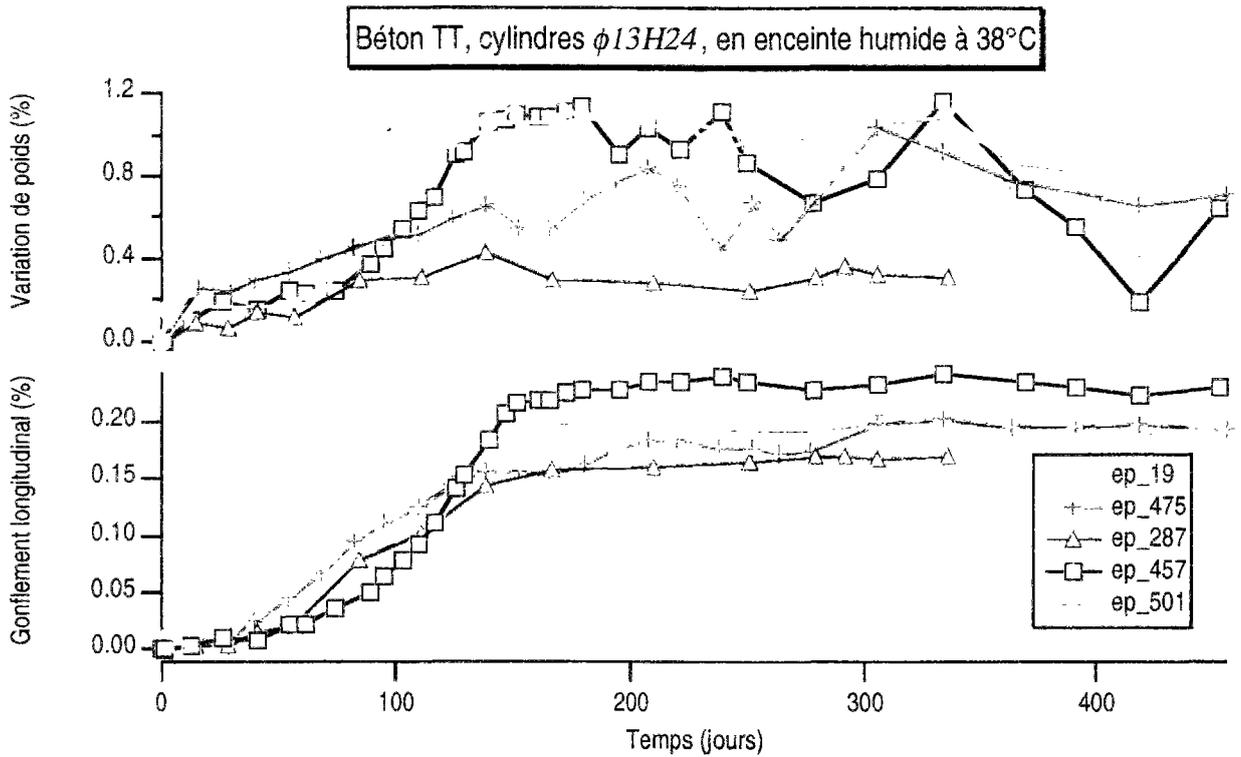


Fig. VI. 14 : Déformations longitudinales et variations de poids d'éprouvettes en enceinte humide

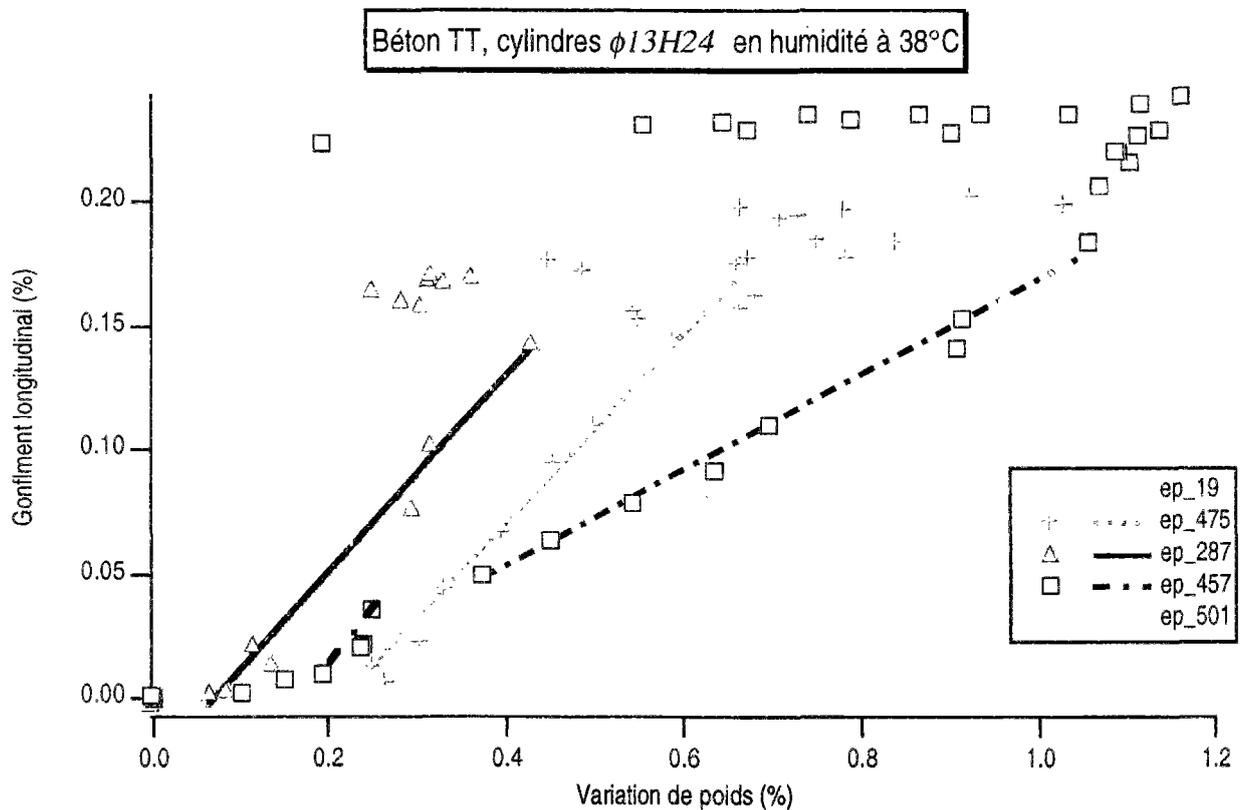


Fig. VI. 15 : Déformations longitudinales en fonction des variations de poids d'éprouvettes en enceinte humide

On observe sur la figure VI. 15 que l'on retrouve une proportionnalité entre le gonflement et les variations de poids, mais qu'elle se manifeste à partir de prises de poids différentes. Par exemple, pour l'éprouvette 19, la prise de poids est très rapide et, même s'il démarre plus vite que pour les autres éprouvettes, le gonflement ne devient proportionnel à cette prise de poids qu'à partir d'un certain temps.

Pour les éprouvettes 19, 475 et 287, dont les prises de poids sont progressives, les coefficients de proportionnalité sont voisins (droites parallèles), par contre, pour les éprouvettes 457 et 501, dont les prises de poids sont tardives et brutales, les droites sont parallèles entre elles, mais de pentes plus faibles que pour les trois premières éprouvettes. Ceci est à rapprocher de la période de prise de poids sans gonflement des autres éprouvettes.

On constate donc que le lien entre les apports d'eau et les déformations est non seulement fort, mais fort complexe... Cette forme de dépouillement des résultats mérite un approfondissement, mais il serait dangereux d'aller pour l'instant au-delà des simples constats expérimentaux et de vouloir proposer une loi figée.

Revenons au graphe VI. 13 pour constater que le gonflement est quasiment nul pour les éprouvettes dont la perte de poids dépasse $-0,2\%$. Vu les conditions expérimentales, ces pertes de poids (obtenues par séchage d'éprouvettes sous aluminium) ont été progressives. Si le gonflement est resté nul, cela signifie que la réaction était bloquée avant même d'atteindre cette perte de poids.

Pour notre béton de formulation TT, le seuil minimal d'eau nécessaire à l'avancement de la réaction peut donc être évalué à $-0,15\%$ ⁷. Cette valeur est cohérente avec l'absence de gonflement des éprouvettes sous aluminium à 23°C et le redémarrage plus important lors de l'immersion des éprouvettes 139 et 140 (initialement sous aluminium, puis en enceinte humide), par rapport aux éprouvettes 6, 9 et 10 (en enceinte humide). En plaçant sur le graphe VI. 10 la valeur seuil de $-0,15\%$, nous constatons en effet que la réaction a été bloquée pendant plusieurs mois, ce qui explique que le potentiel de gonflement était plus important lors de la reprise de la réaction. Toutefois, cette dernière avait déjà pu se produire en grande partie avant que la perte de poids ne dépasse le seuil minimal, puis après transfert en enceinte humide. La réaction s'est alors déroulée avec de faibles quantités d'eau, le gonflement a été faible. Il le reste malgré la pénétration ultérieure d'eau.

L'observation du comportement d'éprouvettes subissant un séchage lent (sous aluminium⁸) confirme la fixation du seuil à $-0,15\%$.

⁷ Rappelons que ce pourcentage représente la variation de masse d'eau par rapport au poids total du béton. Cette valeur négative de $-0,15\%$ signifie donc que lorsque le béton perd plus de 15 g d'eau par kilo de béton, la réaction s'arrête provisoirement, jusqu'à ce que de nouveaux apports d'eau soient disponibles.

⁸ Finalement, on s'aperçoit que les "fuites" de la protection par aluminium de nos éprouvettes permettent de mettre en évidence des phénomènes importants !

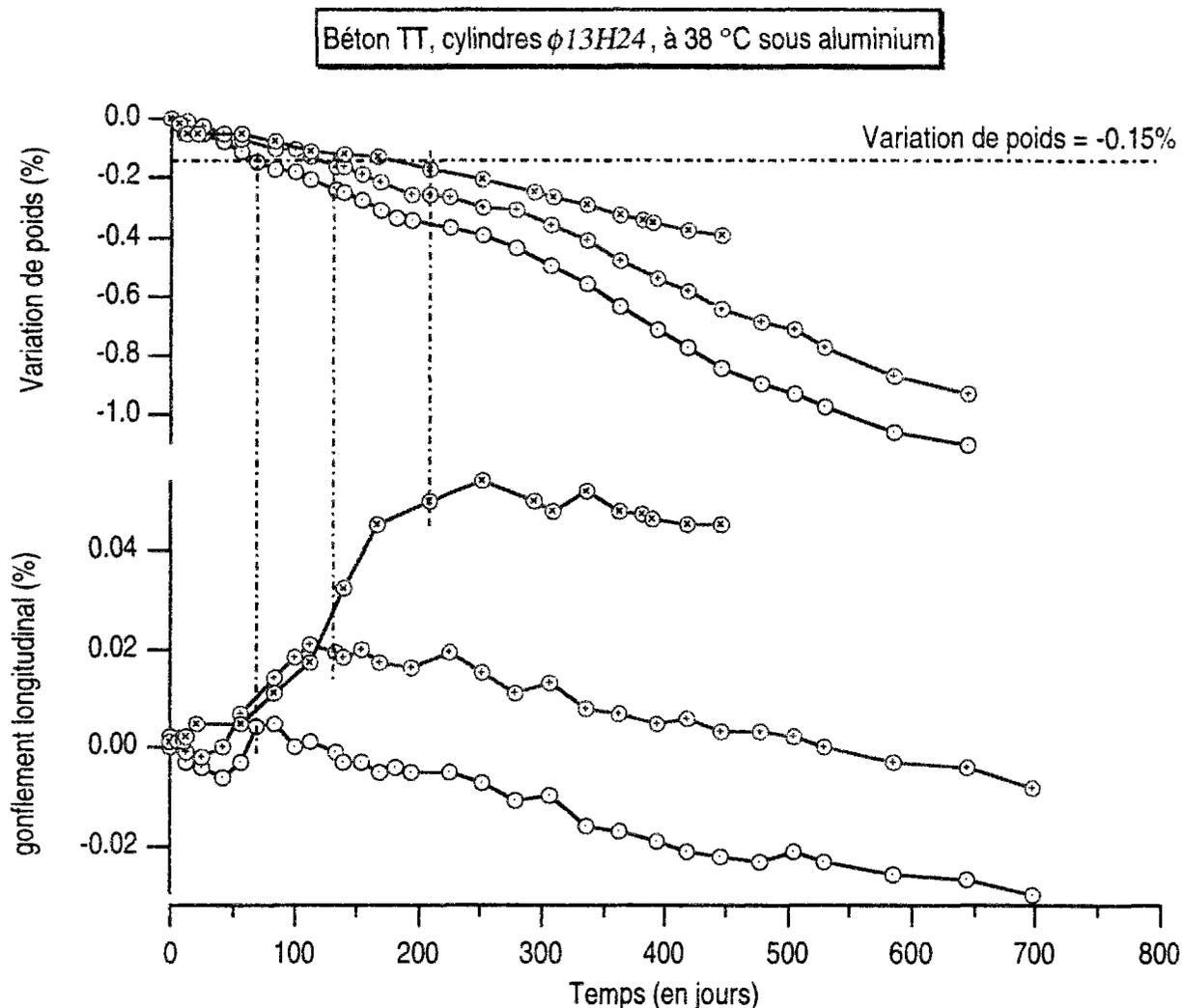


Fig. VI. 16 : Gonflement longitudinal et variation de poids d'éprouvettes sous aluminium

Nous constatons sur la figure VI. 16 que le gonflement s'arrête effectivement lorsqu'on dépasse une perte de poids de -0,15%.

V. Migration de l'eau dans un béton réactif

Sur le graphe VI. 13, nous avons également représenté les variations de poids d'éprouvettes non réactives soumises aux mêmes conditions expérimentales que les éprouvettes réactives. On constate que leurs variations de poids sont équivalentes.

Il n'y a pas de demande en eau supplémentaire, suite à l'abaissement du potentiel chimique de l'eau contenue dans les produits de réaction. Ceci confirme le caractère secondaire de l'osmose dans le gonflement consécutif à l'alcali-réaction.

La modélisation des transports d'eau dans le béton ne nécessite pas la prise en compte de l'influence de l'alcali-réaction.

VI. Retrait des éprouvettes réactives

Observons tout d'abord le comportement d'éprouvettes réactives et non réactives soumises à une dessiccation dès la fin de la période de cure.

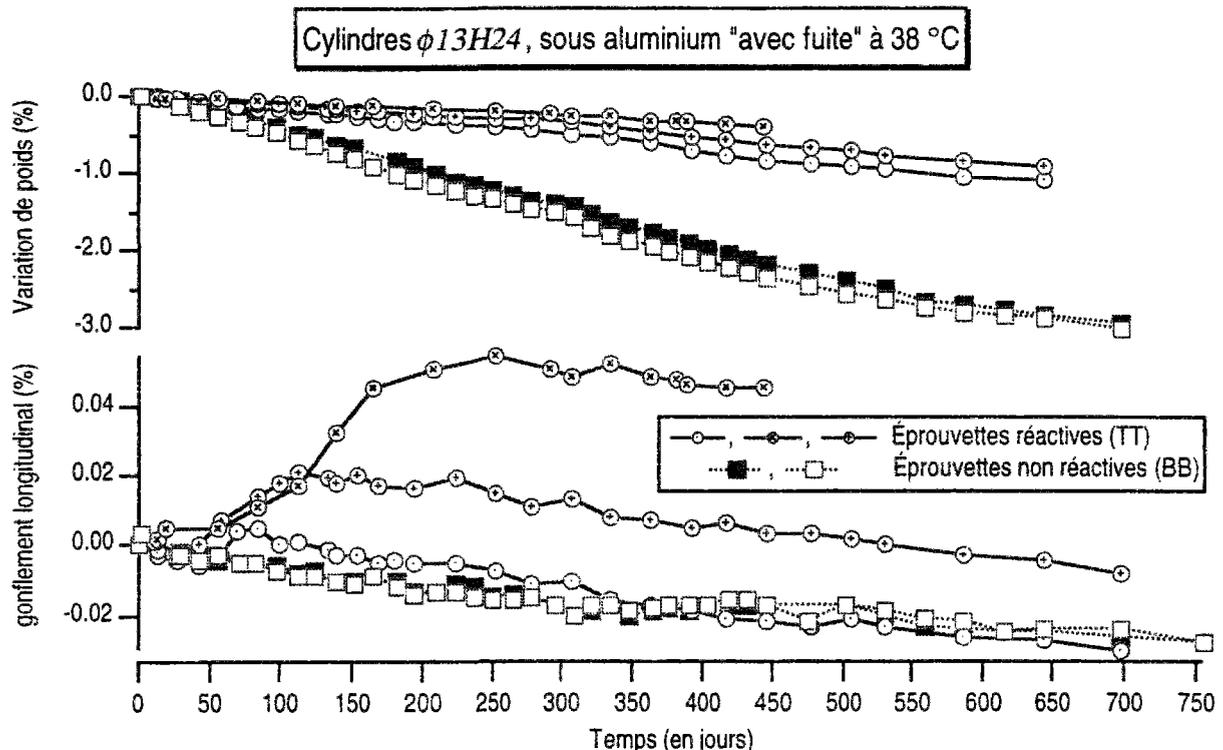


FIG. VI. 17 : Comportement d'éprouvettes réactives et non réactives soumises à une dessiccation dès la fin de la période de cure

Pour les éprouvettes réactives, le retrait finit par être plus fort que le gonflement lorsque les pertes de poids dépassent de seuil de blocage de l'alcali-réaction. Les courbes de retrait de ces éprouvettes sont alors parallèles entre elles.

Pour les éprouvettes non réactives, le retrait démarre immédiatement, mais, malgré des pertes de poids deux à trois fois supérieures⁹, leur retrait n'est pas supérieur à celui des éprouvettes réactives. Or, le retrait d'un béton ordinaire perdant 3% d'eau est en moyenne 2 à 3 fois plus fort que celui du même béton perdant 1% d'eau [Granger. 1996].

On en déduit donc que le retrait de dessiccation de la formulation BB est deux à trois fois inférieur à celui de la formulation TT. Ceci n'est pas surprenant car le sable de la formulation TT contient plus de fines que le sable de la formulation BB, les phénomènes de tension capillaires doivent donc être différents.

Par ailleurs, après environ trois mois d'immersion (89 jours), nous avons sorti de l'eau des éprouvettes réactives (6, 9, 10) et non réactives (11, 12, 13) pour les laisser à l'air libre dans la salle à 38°C (humidité relative entre 35% et 50%).

⁹ Les pertes de poids des éprouvettes non réactives sont supérieures à celles des éprouvettes réactives car elles sont équipées de cordes vibrantes et l'étanchéité autour du câble a été mal assurée.

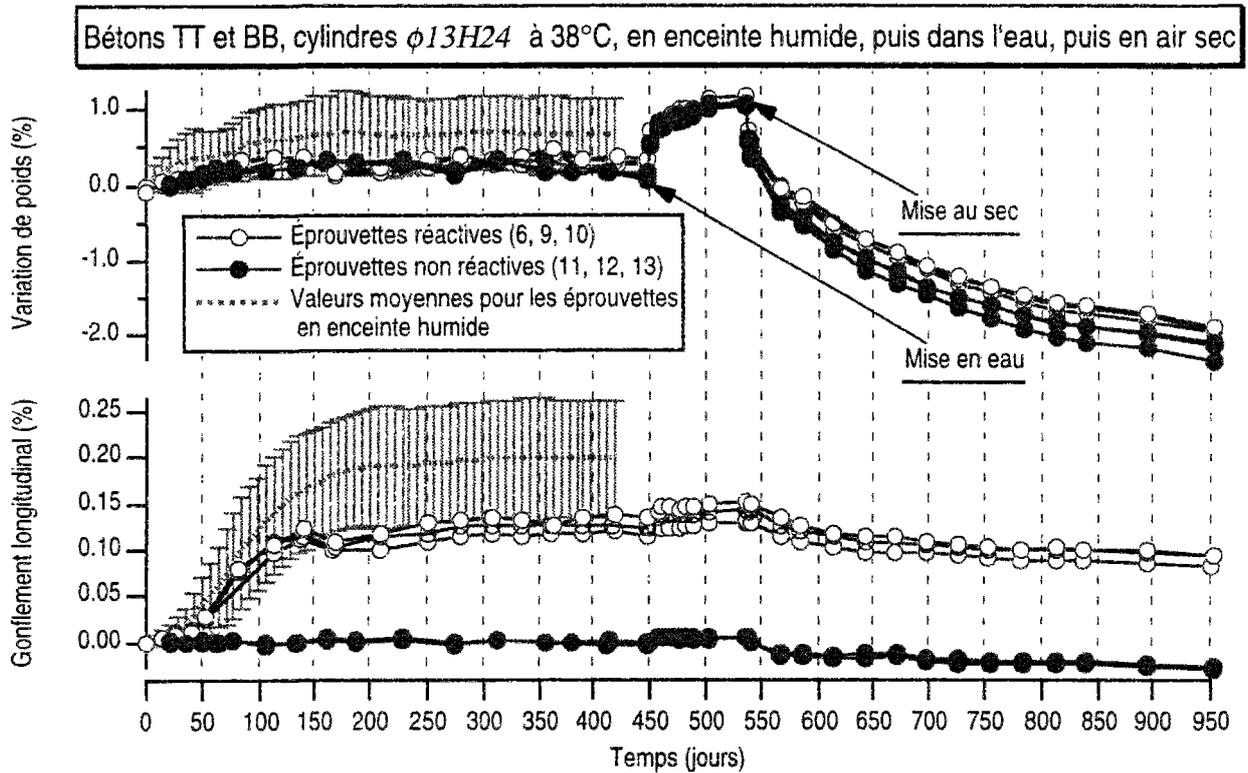


Fig. VI. 18 : Retrait comparé d'éprouvettes réactives et non réactives

Toutes ces éprouvettes subissent un retrait de dessiccation. Détaillons la phase "à l'air libre" de ces essais, en ramenant à zéro les variations de poids et les déformations au début du séchage ($t = 537$ jours).

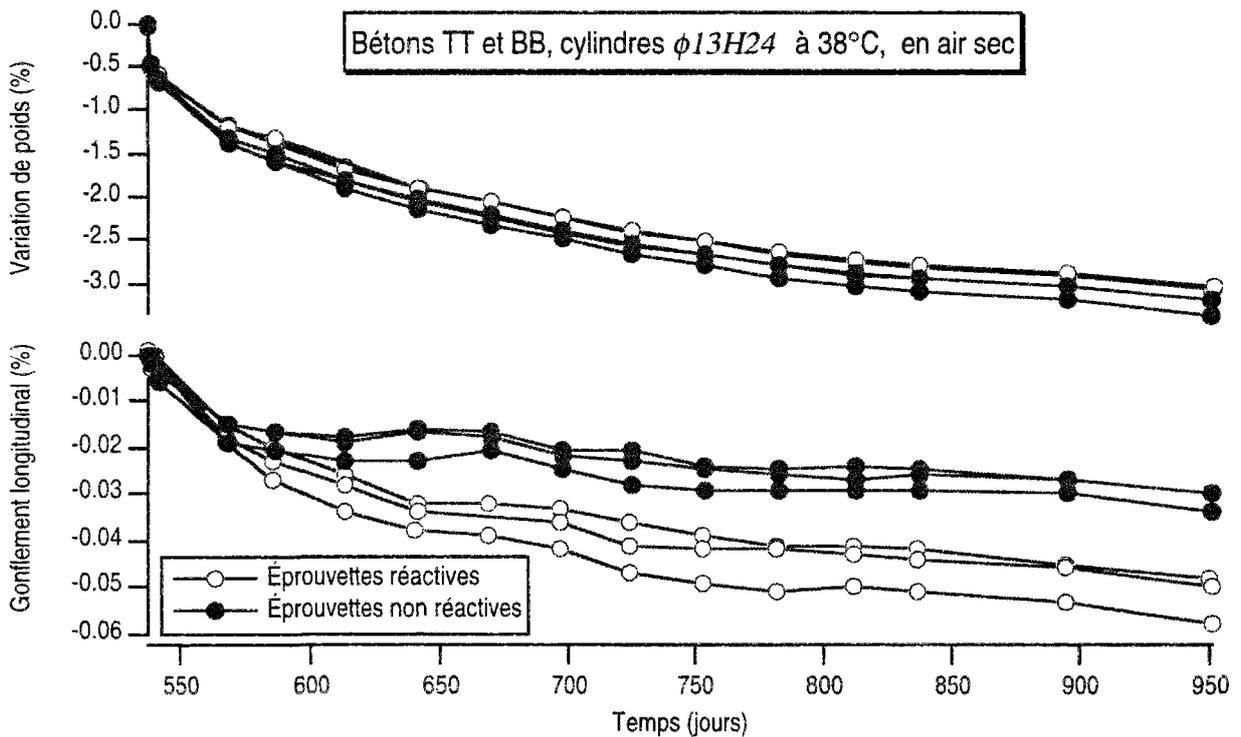


Fig. VI. 19 : Retrait comparé d'éprouvettes réactives et non réactives (zoom)

Il apparaît sur le graphe VI. 19 que, pour des pertes de poids légèrement inférieures (d'environ 0,3%), le retrait des éprouvettes réactives se stabilise moins rapidement et atteint des valeurs près de deux fois plus importantes que celui des éprouvettes non réactives.

Nous déduisons également du graphe VI. 19 que la quantité d'eau libre présente dans les éprouvettes réactives n'est pas sensiblement diminuée par le caractère hydrophile des produits de réaction.

Par ailleurs, nous avons placé sous aluminium, à 38°C, des éprouvettes préalablement conservées pendant 6 mois en enceinte humide à la même température. Le graphe suivant montre leur comportement.

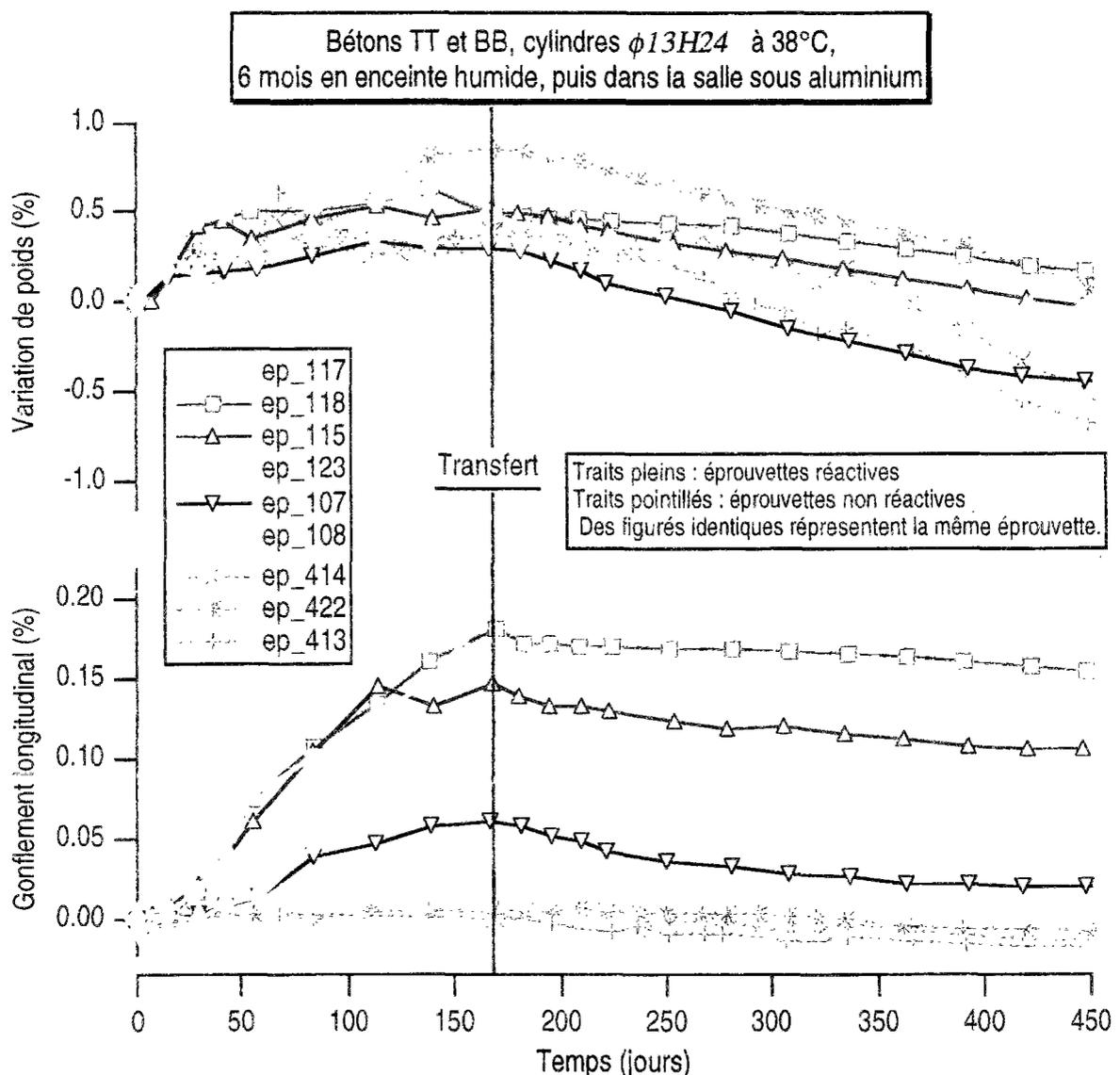


Fig. VI. 20 : Réponse à une perte de poids d'éprouvettes en humidité, puis sous aluminium

Nous constatons sur le graphe VI. 20 que le retrait démarre dès le début de la dessiccation, de façon plus accentuée pour les éprouvettes réactives que non réactives. L'éprouvette 117 (marqueurs ronds) fait exception. Elle a pris du poids durant la période précédant immédiatement le séchage, et son gonflement se poursuit pendant deux semaines avant que le retrait ne prédomine.

Sur le graphe suivant, nous avons ramené à zéro les déformations et les variations de poids au moment où toutes les éprouvettes subissent des déformations de retrait ($j = 195$ jours).

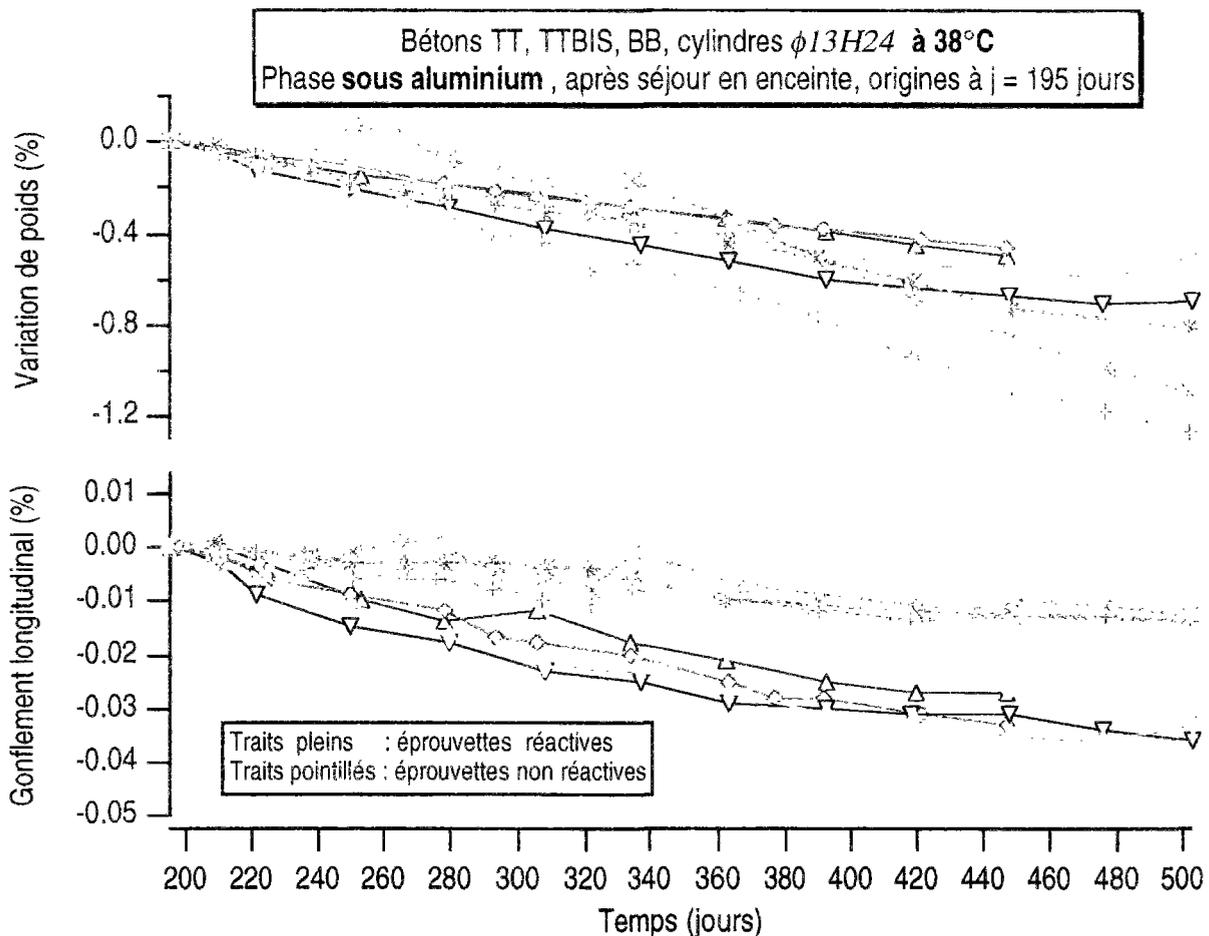


Fig. VI. 21 : Réponse à une perte de poids d'éprouvettes en humidité, puis sous aluminium (zoom)

Le graphe VI. 21 montre que, malgré des pertes de poids un peu plus importantes¹⁰, le retrait des éprouvettes non réactives est environ deux fois plus faible.

On remarque également sur le graphe VI. 21 que, pour les éprouvettes réactives, le retrait est d'autant plus important que les éprouvettes perdent plus de poids et que ceci n'est pas aussi sensible pour les éprouvettes non réactives. Ceci confirme une moins grande sensibilité à la dessiccation pour les éprouvettes non réactives.

Finalement, même après gonflement, les déformations des éprouvettes réactives soumises à une dessiccation restent environ deux fois plus fortes que celles des éprouvettes non réactives, ce qui était déjà le cas lorsque la dessiccation démarrait immédiatement après la cure. On en conclut que les **déformations de retrait ne sont pas modifiées par le développement de l'alcali-réaction**, alors qu'il aurait été assez logique, vue la chute du module d'Young des éprouvettes réactives, que leur retrait soit plus fort.

¹⁰ dues à la mauvaise étanchéité de la protection par feuilles d'aluminium

C. CONCLUSIONS SUR LE RÔLE DE L'EAU

Ce chapitre a permis de mettre en évidence le rôle de l'eau, avec sa double fonction de **réactif** et de **milieu réactionnel**.

En tant que **réactif**, l'eau influe sur l'amplitude du gonflement, qui dépend de la quantité d'eau disponible localement au moment de la formation de produits de réaction. Toutefois, la seule eau de gâchage non consommée par l'hydratation du ciment risque d'engendrer des désordres sur ouvrage.

Il existe une forte dépendance entre le gonflement et les apports d'eau, mais l'historique des variations de poids rend cette relation plus subtile qu'une simple proportionnalité. Par exemple :

- Même si l'eau arrive très rapidement, la réponse du matériau sous forme de déformations n'est pas immédiate.
- L'effet d'une arrivée d'eau tardive dépend de l'âge des éprouvettes :
 - si l'alcali-réaction n'a pas été préalablement bloquée par manque d'eau, une éprouvette âgée ne se remettra pas à gonfler,
 - au contraire, si la réaction est encore en cours, le gonflement augmente très rapidement lors d'une arrivée d'eau.
- Une perte de poids, après stabilisation des déformations, modifie beaucoup moins leurs valeurs que la même perte de poids durant une phase de gonflement.

Nous avons également montré que l'expansion est due à la formation des produits de réaction et que **l'osmose joue un rôle très secondaire** dans les effets macroscopiques de l'alcali-réaction.

En tant que **milieu réactionnel**, l'eau doit être présente en quantité suffisante pour assurer le transport des différents réactants. Nous avons mis en évidence l'existence d'un **seuil** au-delà duquel une perte d'eau bloque non seulement le gonflement mais aussi la réaction.

Nous avons enfin montré que **la migration de l'eau au sein du béton, ainsi que les déformations de retrait, ne sont pas modifiés par l'alcali-réaction**, ce qui permet leur modélisation par les mêmes méthodes que pour un béton non réactif.

CHAPITRE VII : INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE, QUANTIFICATION DE L'AVANCEMENT DE L'ALCALI-RÉACTION

Dans une première partie, nous analyserons l'influence de la température à l'échelle macroscopique de l'éprouvette de béton. Nous avons réalisé des essais à 23, 38 et 60°C, dans différentes conditions de conservation, et sur différents formats d'éprouvettes. Pour mettre en évidence l'influence de la température, il est impératif de comparer des éprouvettes identiques, au point de vue composition bien sûr, mais aussi format et conditions d'apports d'eau extérieurs.

Dans une seconde partie, nous nous placerons à l'échelle microscopique et nous comparerons la localisation et la microtexture des produits de réaction, puis nous présenterons les résultats obtenus en testant le caractère quantitatif de deux méthodes de mise en évidence de l'alcali-réaction : la visualisation des produits de réaction par fluorescence des ions uranyle (méthode d'essai des LPC n°36) et l'analyse minéralogique (avec le logiciel "MINÉRAUX").

A. À L'ÉCHELLE MACROSCOPIQUE

I. Comparaison des essais à 23 et 38°C

Les essais à 23 et 38°C ont été faits sur des éprouvettes $\Phi 13H24$, en enceinte humide. Le graphe suivant montre les courbes de gonflement obtenues.

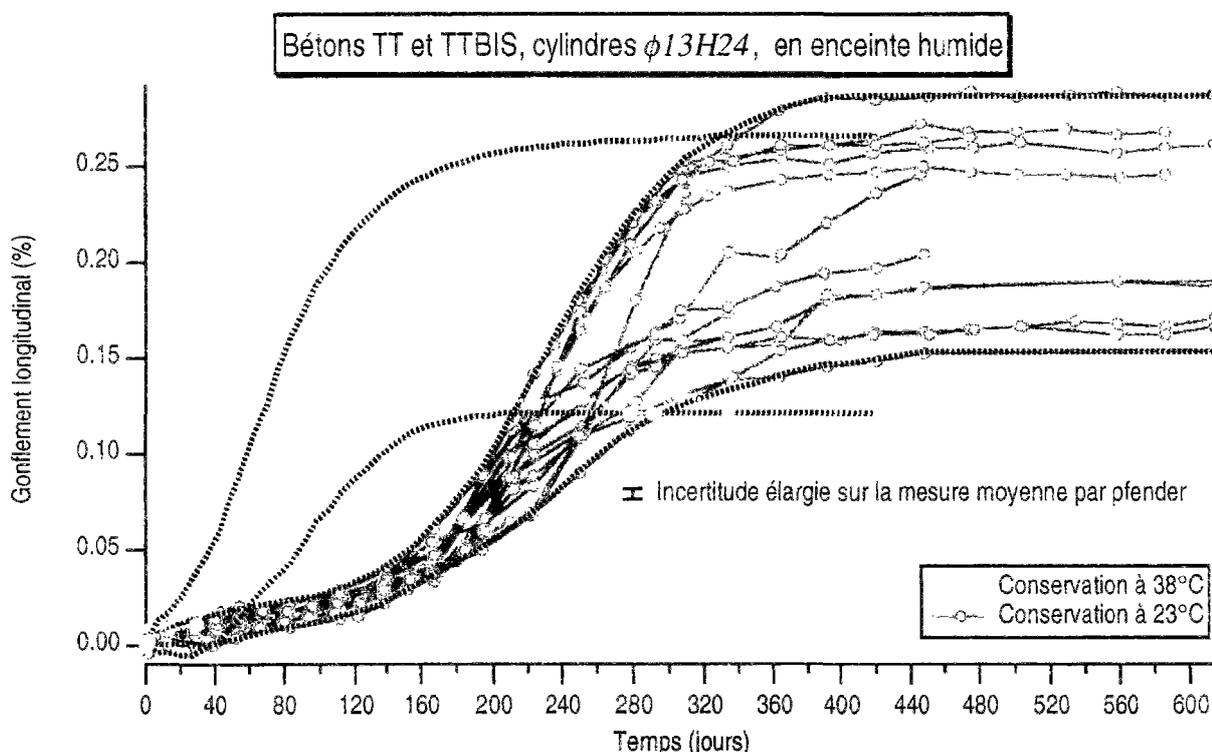


Fig. VII.1 : Comparaison des gonflements libres à 23 et 38°C

Le graphe ci-dessus présente les résultats bruts des essais. Pour comparer les deux fuseaux, il est intéressant de déterminer les valeurs moyennes et extrêmes, ainsi que l'intervalle de valeurs où se situeraient, statistiquement, d'autres éprouvettes identiques.

Pour les deux températures, nous avons obtenu ces résultats de la manière suivante :

- Les valeurs maximales et minimales des fuseaux ont été déterminées manuellement, directement sur le graphe VII. 1. Elles y sont représentées en trait pointillé épais.
- Les valeurs moyennes ont été obtenues à partir des éprouvettes dont la courbe de gonflement était stabilisée. Nous avons extrapolé la valeur du palier jusqu'au temps le plus long pour lequel nous disposons de résultats pour la majorité d'entre elles. Chaque courbe a ensuite fait l'objet d'une interpolation linéaire, de manière à ce que les abscisses soient exactement identiques pour toutes les éprouvettes. Pour chaque échéance, nous avons calculé la moyenne et l'écart-type de tous les points ainsi obtenus (sur 29 éprouvettes à 38°C et 11 à 23°C). Un intervalle de $\pm 1,96$ écart-types a ensuite été représenté de part et d'autre de cette moyenne, sous forme d'une "**barre d'hétérogénéité**".

Pour trois échéances (78, 135 et 241 jours, à 38°C), nous avons vérifié, par le test du carré moyen des différences successives, le caractère aléatoire des observations. Les résultats étant nettement positifs, nous considérerons que ceci est vérifié pour toutes les échéances.

Une fois admis ce caractère aléatoire des résultats expérimentaux, nous avons vérifié qu'ils suivaient une loi normale. Pour l'échéance 135 jours à 38°C, nous avons utilisé le test du KHI2. Au niveau de probabilité 95%, la limite du KHI2 pour 2 degrés de liberté (5 classes) vaut 5,99. Nous avons obtenu une valeur de 1,4. Ceci nous permet d'affirmer que l'on peut considérer, au niveau de probabilité choisi, que l'échantillon est tiré d'une population normale.

Nous avons généralisé ce résultat. Ainsi, l'intervalle représenté sur le graphe suivant est celui dans lequel se situe, statistiquement, 95% de la population des éprouvettes de même type que celles de nos essais. On ne confondra pas cet intervalle avec l'incertitude élargie des méthodes de mesure, représentée sur les graphes sous forme d'une barre d'erreur. Il matérialise l'hétérogénéité de l'alcali-réaction, dans nos conditions expérimentales.

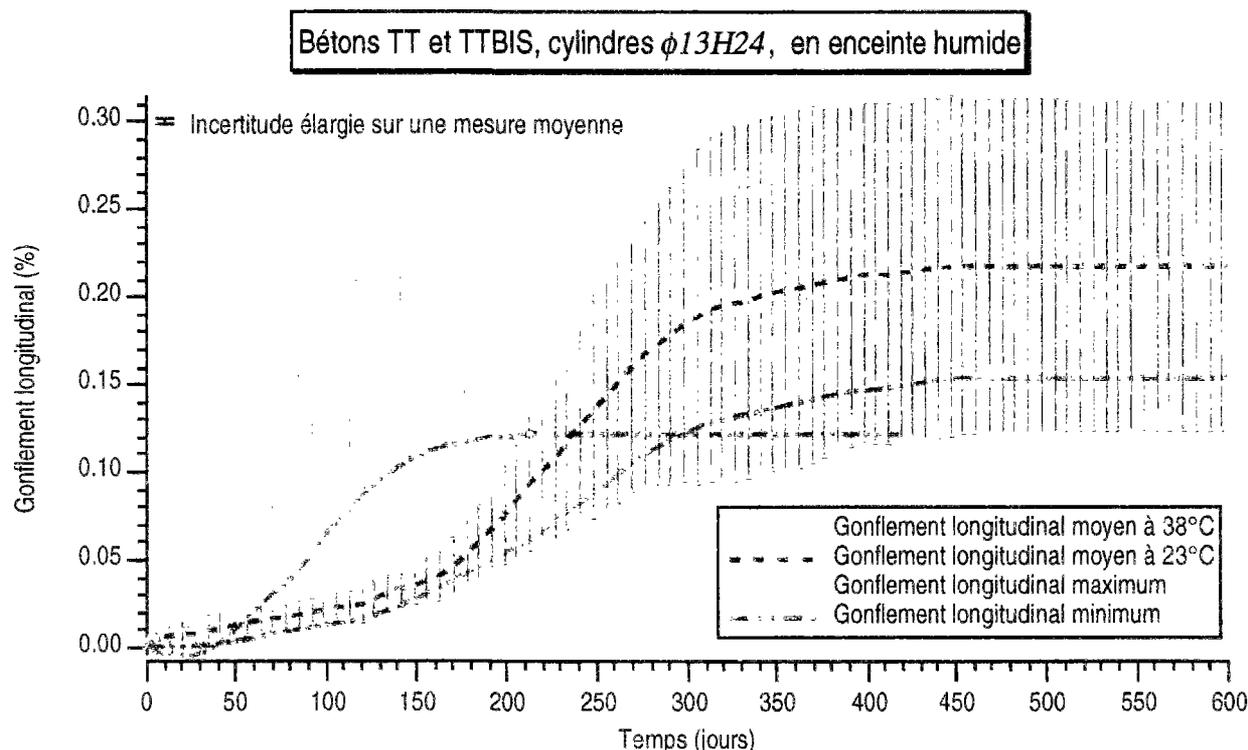


Fig. VII. 2 : Fuseaux des gonflements longitudinaux à 23 et 38°C

Nous constatons qu'à 38°C, la barre de dispersion est légèrement inférieure au fuseau dessiné par les courbes extrêmes. Au contraire, à 23°C, elle lui est largement supérieure. Ceci provient du fait que, dans le premier cas, la moyenne a été calculée à partir de 29 éprouvettes ayant atteint leur palier de gonflement, dans le second, de 11 éprouvettes seulement. Nous en déduisons que notre lot d'éprouvettes à 38°C représente l'ensemble de la population, alors qu'il faudrait pour cela davantage d'éprouvettes à 23°C

Les valeurs extrêmes des résultats expérimentaux sont les suivantes :

à 23 °C : minimum = 0,153	maximum = 0,286	rapport = 1,87
à 38°C : minimum = 0,121	maximum = 0,265	rapport = 2,19.

Ces rapports, et donc la variabilité de notre lot d'éprouvettes, ne dépassent pas la valeur maximale obtenue en comparant les gonflements transversaux extrêmes mesurés sur une même éprouvette (par exemple : 2,35 pour l'éprouvette 481). L'hétérogénéité intrinsèque du matériau est donc une source majeure de dispersion.

Le gonflement asymptotique est pratiquement identique aux deux températures (0,199 à 38°C contre 0,218 à 23°C ; moins de 10 % d'écart). La forme des courbes est analogue. Seule la cinétique est modifiée. Des résultats semblables ont été publiés dans la littérature (voir par exemple [Shayan et al. 1996]).

II. Comparaison des essais à 38 et 60°C

Les essais à 60°C ont été réalisés dans un réacteur normalisé (voir norme NF P 18-587). Par conséquent, nous avons essentiellement confectionné des prismes 7x7x28, prévus pour être stockés dans les conteneurs de ce matériel. Leurs déformations seront comparées à celles obtenus à 38°C, également sur prismes 7x7x28.

Nous avons tout de même conservé en réacteur "à 60°C"¹ quelques cylindres $\Phi 13H24$ dont nous comparerons les gonflements à ceux d'autres $\Phi 13H24$, en réacteur ou en enceinte à 38°C.

1. Essais sur prismes 7x7x28

Examinons tout d'abord les résultats des prismes conservés dans le réacteur "à 60°C". Nous avons confectionné une première série de trois prismes (marqueurs ronds sur le graphe suivant). Leurs gonflements étaient si faibles que nous avons réalisé une deuxième série identique (marqueurs carrés). Enfin, nous avons lancé une troisième série de 9 prismes, pour confirmation des résultats.

¹ Nous avons vu dans le chapitre précédent que la température n'était pas toujours rigoureusement égale à 60°C, c'est pourquoi nous utilisons les guillemets.

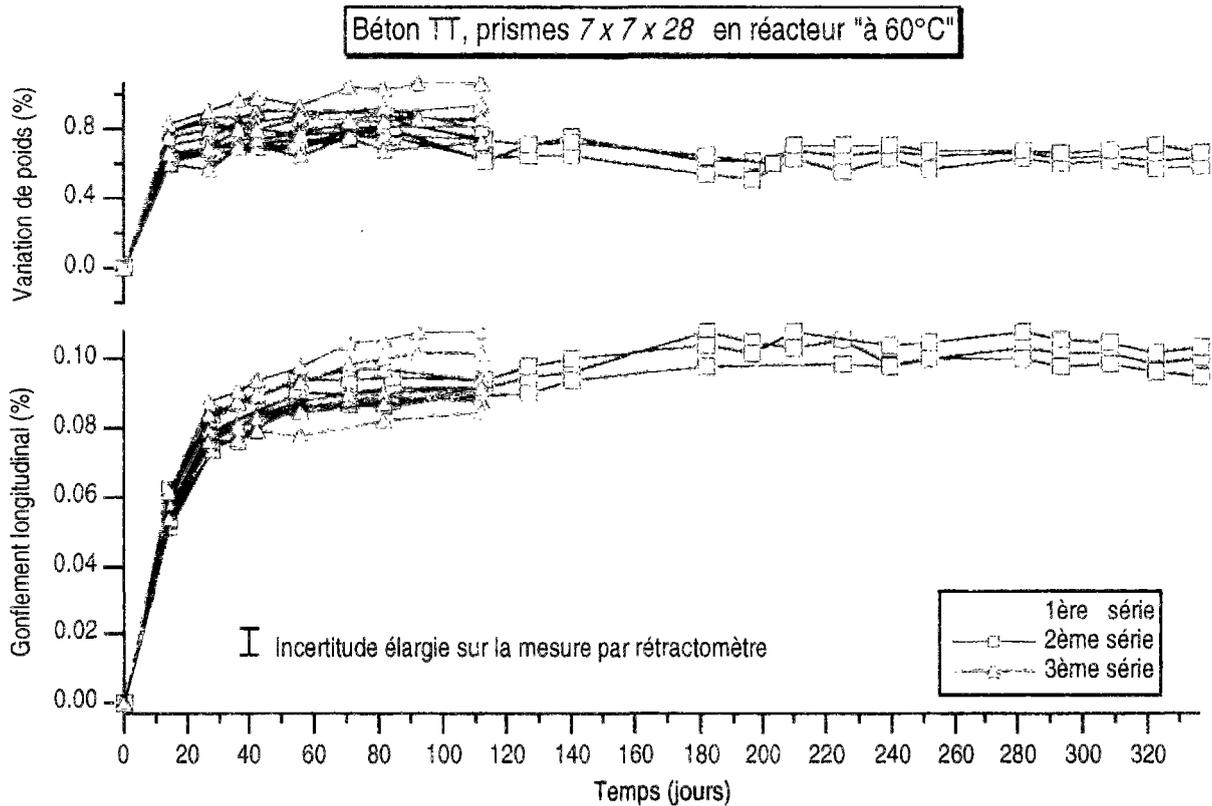


Fig. VII. 3 : Gonflements libres de prismes en réacteur à 60°C

En analysant parallèlement les courbes de poids et les courbes de gonflement, nous constatons que les faibles résultats de la première série sont dus à la très faible prise de poids des éprouvettes.

Nous ne prendrons pas en compte cette première série dans notre étude sur l'effet de la température. Il nous a toutefois paru important de souligner ce problème, d'une part parce que d'autres équipes du LCPC ont également obtenu, dans les mêmes conditions expérimentales, des gonflements anormalement faibles, voire des retraites, pour des bétons connus pour leur réactivité [J.S. Guédon-Dubied & F. Martineau. 1996], d'autre part parce qu'il illustre à nouveau le fait que le seul suivi des variations dimensionnelles n'est pas suffisant.

Comparons maintenant les déformations mesurées des deux dernières séries à celles de prismes en réacteur à 38°C.

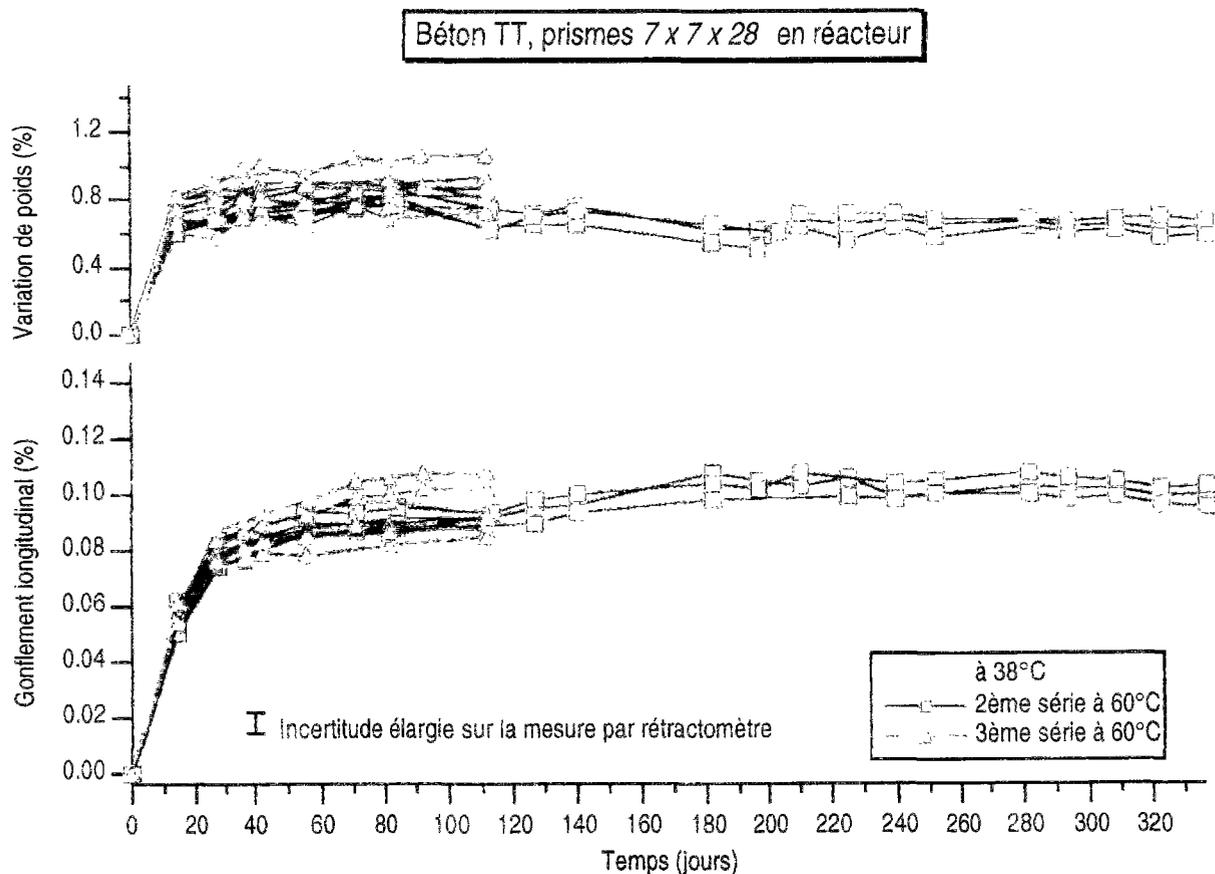


Fig. VII. 4 : Comparaison du comportement de prismes en réacteur à 38 et "60" °C

Le graphe VII. 4 montre que les prises de poids à "60°C" sont dans le bas du fuseau des prises de poids à 38°C. Dans ces conditions, il est logique qu'il en soit de même pour les gonflements. La température a donc bien un effet purement cinétique.

2. Essais sur cylindres $\Phi 13H24$

À titre de vérification, nous avons conservé en réacteur à "60°C" quelques cylindres $\Phi 13H24$. Nous avons comparé leur déformation à celles d'autres cylindres en enceinte ou en réacteur à 38°C. Les résultats sont présentés sur le graphe ci-dessous.

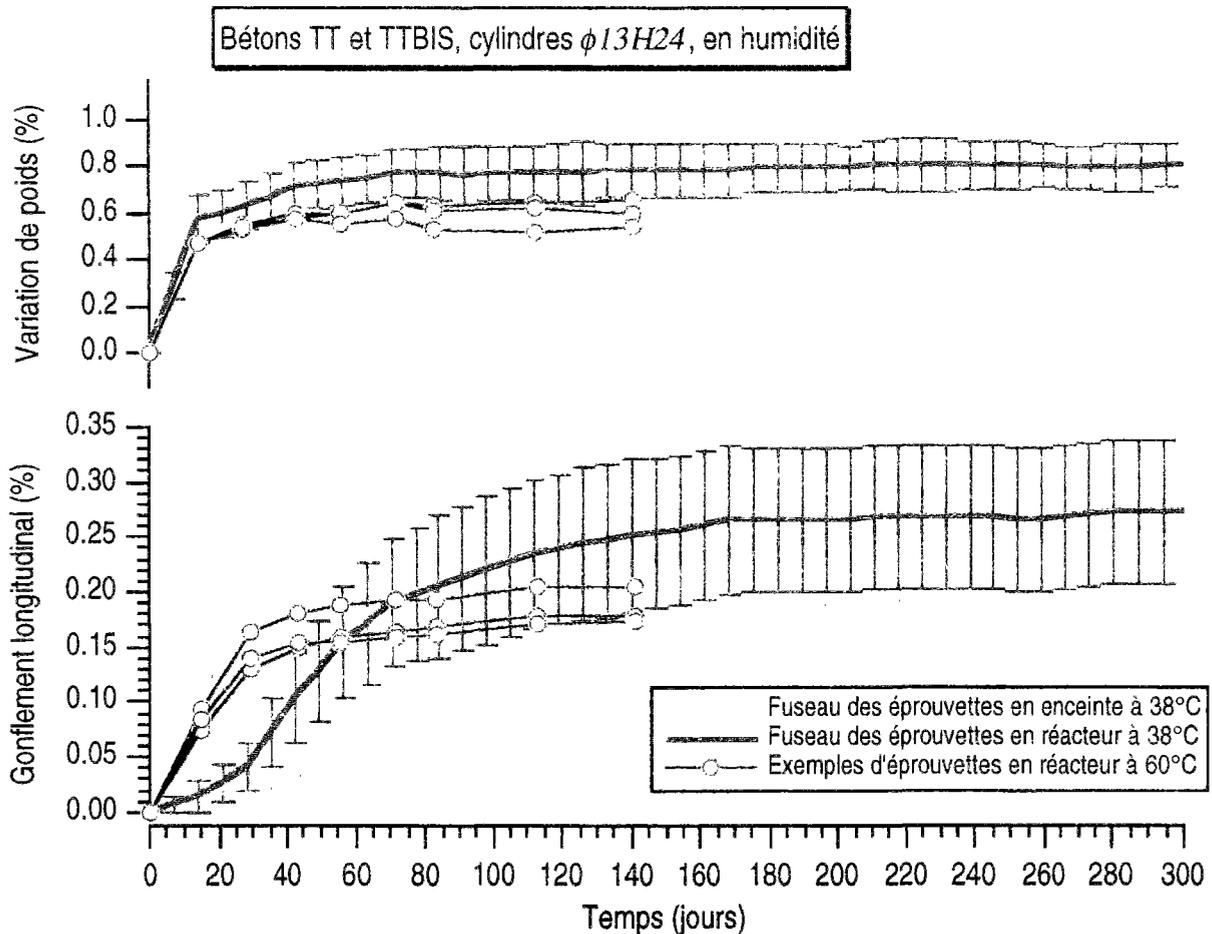


Fig. VII. 5 : Comparaison du comportement de cylindres à 38 et "60" °C

En ne comparant que les déformations des cylindres en réacteur à 60°C (marqueurs ronds) à la déformation moyenne des cylindres en réacteur à 38°C (trait plein épais), on pourrait penser que le gonflement à 60°C est inférieur à celui obtenu à 38°C. En fait, la prise de poids de ces cylindres est plus rapide, mais à peine supérieure à celle des cylindres en enceinte (trait pointillé épais). On constate que l'amplitude finale du gonflement est également légèrement supérieure à la moyenne des cylindres en enceinte.

On confirme donc bien l'effet purement cinétique de la température, en tous cas pour les granulats calcaires du Tournaisis. Pour certains granulats, le résultat peut être différent : un granulats du Sud-Ouest de l'Angleterre gonfle environ 4 fois plus à 13°C qu'à 38°C [Wood et al. 1986]. D'autres auteurs ont signalé une chute d'environ 40%, en comparant les gonflements en réacteur à 60°C à ceux des éprouvettes en réacteur à 38°C [Bollotte. 1992]. Les mesures de variations de poids de ces éprouvettes n'ont pas été publiées, mais on peut penser que l'écart provient d'une différence de prise de poids.

B. À L'ÉCHELLE MICROSCOPIQUE

Pour mettre en évidence l'effet des paramètres température, eau, contraintes sur l'évolution de la réaction chimique elle-même, et non seulement sur ses conséquences macroscopiques, nous avons prélevé des éprouvettes d'âge croissant sur lesquelles différentes techniques d'études de la microstructure ont été mises en oeuvre :

- observations par microscopie électronique à balayage,
- mise en évidence des produits de réaction par fluorescence des ions uranyle,
- analyse minéralogique².

I. Observations des produits de réaction

1. Localisation

L'observation de la localisation des produits de réaction est délicate, en particulier en début de réaction. En effet, les produits sont alors présents en très petite quantité et en fine épaisseur. Lorsqu'on utilise la méthode de mise en évidence par fluorescence des ions uranyle, ces petites quantités sont bien détectées par leur couleur jaune-verte, caractéristique des produits d'alcali-réaction. On les observe essentiellement à l'interface pâte-granulat. Au microscope électronique à balayage, à cet endroit, la présence – systématique et normale – de plaquettes de portlandite et de petites aiguilles d'ettringite masque cette fine couche de produit [Maso. 1982], [Mindess. 1996].

Au contraire, dans les bulles d'air, les produits de réaction sont aisément mis en évidence par microscopie, ce qui n'est pas toujours le cas avec la technique de fluorescence. Nous avons observé sur nos échantillons une fluorescence bleuâtre de nombreuses bulles. Les prises de vues comparatives "lumière naturelle/rayonnement U.V." se sont avérées particulièrement utiles pour identifier les produits présents dans ces bulles. Leur aspect caractéristique blanc laiteux et les nombreuses observations réalisées dans ces localisations permettent pourtant de penser qu'il s'agit bien de produits d'alcali-réaction.

La comparaison des observations réalisées avec ces deux techniques n'est pas toujours aisée car les échantillons rendus conducteurs par dépôt d'une fine couche de carbone ou d'or ne peuvent plus être utilisés pour des essais de fluorescence et, après essais de fluorescence, les observations au MEB sont souvent perturbées par la présence de fins cristaux de calcite de néoformation (de taille micronique) formés lors de la pulvérisation de la solution aqueuse d'acétate d'uranyle. Ces cristaux se forment préférentiellement sur les gels d'alcali-réaction car nous avons mentionné dans le chapitre I que les gels de silicates alcalins favorisent la croissance des cristaux. La présence de ce fin dépôt de calcite rend difficile l'identification des produits sous-jacents.

² Nous désignons par "analyse minéralogique" le résultat obtenu par le logiciel "MINÉRAUX". Ce logiciel consiste à utiliser les données provenant des études par diffractométrie des rayons X, analyses chimiques, thermogravimétriques et thermiques différentielles. À partir de ces données, il permet de calculer, par itération, la composition minéralogique du matériau étudié (roche, mortier, béton...).

Nous retiendrons que la présence de faibles quantités de produits de réaction à l'interface pâte-granulat risque de passer inaperçue lors d'observation par microscopie électronique à balayage, et que certaines bulles d'air remplies de produits de réaction ne sont pas mises en évidence par fluorescence.

2. Comparaison des microtextures

Des observations microscopiques ont été faites³ sur toutes les séries d'éprouvettes. Elles montrent l'apparition plus tardive des produits de réaction à 23°C qu'à 38°C : le film de gel que l'on observe aux échéances de 1 mois et 2 mois sur les éprouvettes conservées en enceinte humide à 38°C n'apparaît pas sur les éprouvettes conservées à 23°C, dans les mêmes enceintes. À cette température, les premiers produits de réaction sont mis en évidence à l'échéance de 4 mois, sous forme de gels, de précipités et, déjà, de quelques rares produits d'aspect cristallisé. Tous ces produits sont préférentiellement situés à l'interface pâte-granulat. À 38°C, au contraire, par cette technique d'observation, la majorité des produits apparaît dans les bulles.

À partir de l'échéance de 9 mois, aux deux températures, on trouve des quantités importantes de produits, aussi bien dans les bulles qu'à l'interface pâte-granulat. Au MEB, les bulles restent la localisation privilégiée des produits de réaction. Toutefois, la détection fréquente des produits à l'interface montre que leur épaisseur est maintenant suffisante pour qu'ils soient visibles malgré les difficultés évoquées précédemment.

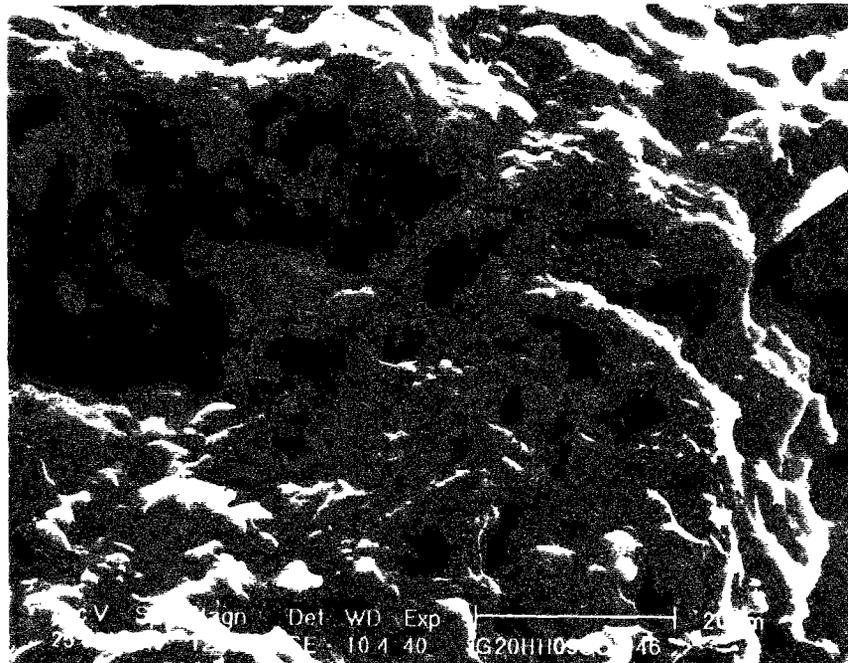


Photo VII. 1 : Gel d'alcali-réaction à l'interface pâte-granulat (G : x 1 286)

Après 9 mois en enceinte humide à 38°C, on remarque également l'apparition de gels à l'intérieur des granulats. Ces derniers sont donc attaqués en profondeur. À partir de 12 mois dans les mêmes conditions, les produits tapissant les fractures de granulats sont le plus souvent sous forme organisée, en feuillets ou en plaquettes mais il reste toujours des quantités importantes de produits sous forme de gels et de précipités.

³ par N. Louarn (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC)

Il est important de remarquer sur le graphe VII. 1 que, à 38° C, les gonflements sont stabilisés en moins de 6 mois. Ainsi, **la formation de produits de réaction à l'intérieur des granulats et l'apparition de quantités importantes de produits d'aspect cristallisé ne provoque pas de déformation du béton.**

À 23°C, à partir de l'échéance de 16 mois, la présence de produits de réaction sur les fractures de granulats est encore exceptionnelle. Ils sont alors sous forme organisée, avec des morphologies analogues à celles des produits observés à 38°C.

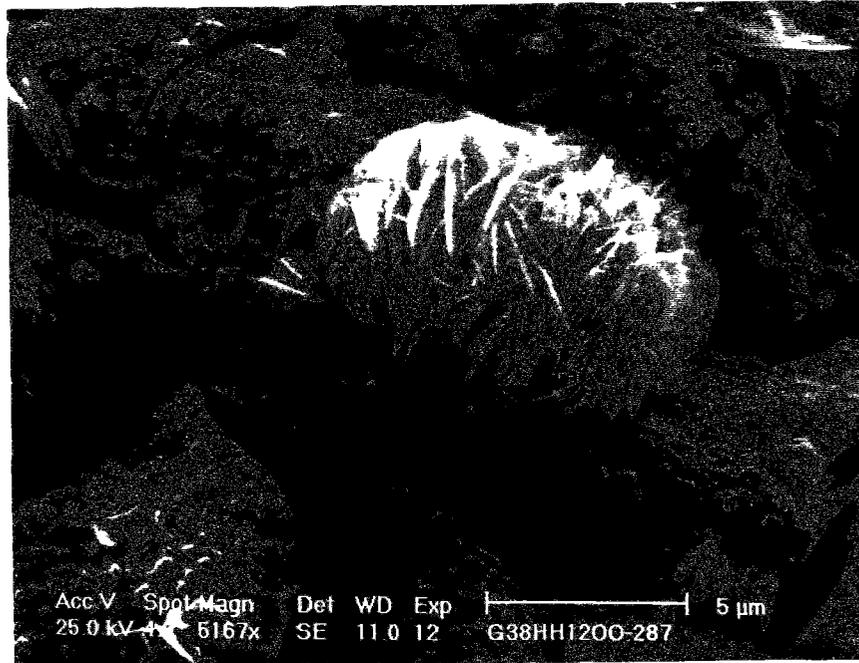


Photo VII. 2 : Gel et produits d'alcali-réaction en feuillets sur une fracture de granulats (G : x 5 167)

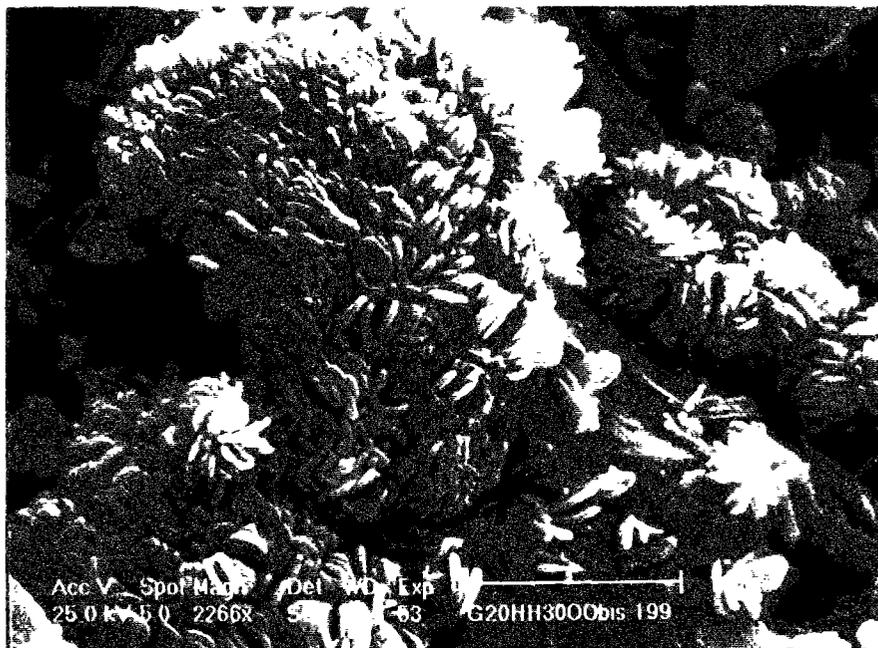


Photo VII. 3 : Produits d'alcali-réaction en plaquettes sur une fracture de granulats (G : x 2 266)

Par ailleurs, les observations au microscope électronique montrent que les microtextures des produits de réaction observées dans les bétons conservés à 60°C ne sont pas identiques à celles rencontrées après séjour des éprouvettes à 23 ou 38°C. Après 16 mois à 60°C, les produits sont moins bien organisés géométriquement et plus difficilement identifiables*, sous forme :

- de produit alvéolaire,
- de boules mal formées où sont incrustés de minuscules feuillets,
- de produits mal définis recouvrant la pâte.

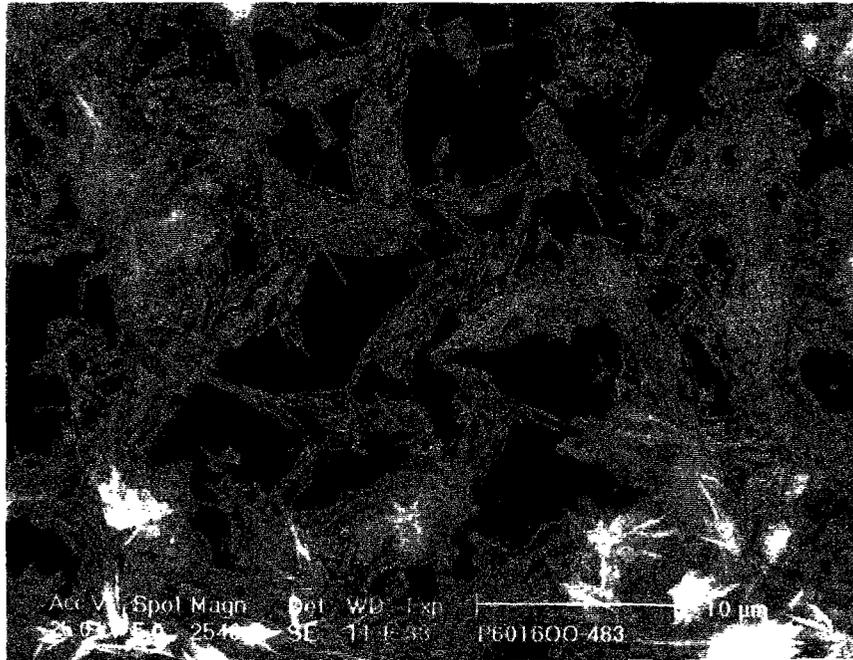


Photo VII. 4 : Produit d'alcali-réaction alvéolaire, à 60°C (G : x 2 540)

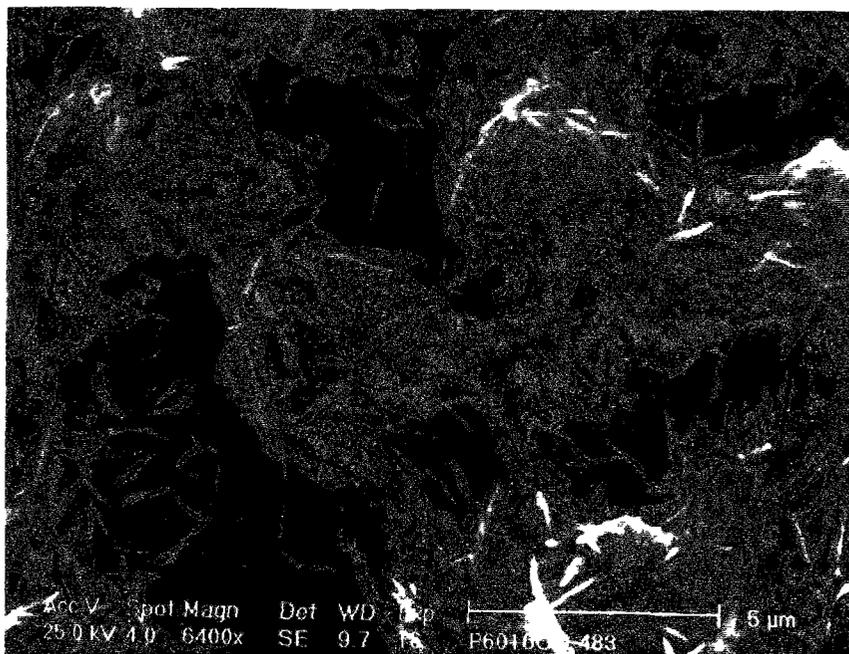


Photo VII. 5 : Produits d'alcali-réaction en boules et feuillets, à 60°C (G : x 6 400)

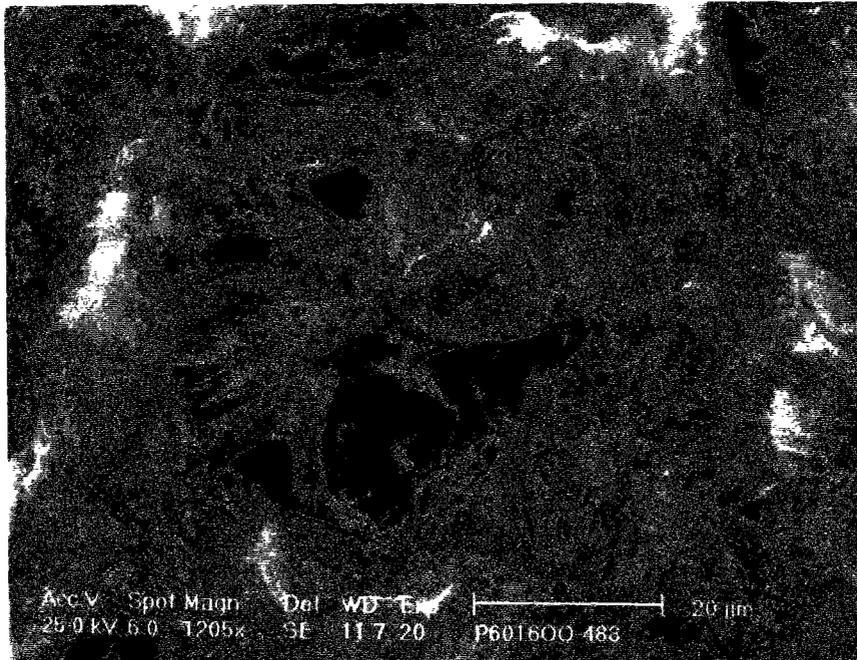


Photo VII. 6 : Produits d'alcali-réaction mal définis, à 60°C (G : x 1 205)

On observe expérimentalement que ces différences de microtextures n'engendrent pas de modifications sensibles des déformations.

II. Quantification de l'avancement de l'alcali-réaction au sein du béton

1. Visualisation des produits de réaction par fluorescence des ions uranyle

Cette méthode (mode opératoire des LPC n°36) a été couplée à l'analyse d'images pour quantifier le pourcentage de surface du béton qui, après pulvérisation d'une solution diluée d'acétate d'uranyle, apparaît fluorescente sous un éclairage ultraviolet adapté (voir chapitre III, paragraphe E. 2 page 82).

Dans un premier temps, nous avons cherché à vérifier par microscopie électronique à balayage⁴ que la fluorescence observée était bien spécifique de l'alcali-réaction : sur les bétons de composition TT, nos observations indiquent que toutes les surfaces retenues par le seuillage sont effectivement recouvertes de produits d'alcali-réaction. (Des résultats plus détaillés sont présentés en annexe 5 : RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES).

Dans un second temps, cette technique a été appliquée⁵ à des séries d'éprouvettes d'âges croissants. Nous présentons ci-dessous les résultats obtenus. Le lecteur pourra également se référer à [Martineau et al. 1996].

* Les analyses des produits de réaction sont présentées en annexe 5.

⁴ Observations N. Louarn (Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC)

⁵ Par F. Martineau (Section Géologie et Matériaux Naturels, LCPC)

• **Éprouvettes réactives en enceinte humide à 38°C**

Des éprouvettes de composition TT, conservées en enceinte humide à 38°C pendant une durée variable ont été découpées par cisaillement en huit tranches dont chacune des faces a été traitée par la technique de fluorescence précédente.

De plus, avant tranchage, un relevé des fissures superficielles de chaque éprouvette a été réalisé. Ces relevés ont été numérisés par scanner et le pourcentage de fissures par rapport à la surface totale des éprouvettes a été quantifié par analyse d'images⁶.

Le tableau suivant récapitule les résultats. Le pourcentage de produits d'alcali-réaction est une moyenne des valeurs obtenues sur chacune des tranches.

n° d'éprouvette	échéance (mois)	% moyen "gel"	écart-type % "gel"	gonflement longitudinal (%)	fissuration (%)
428	1	2.2	1.6	0.008	0
14	2	5.4	3.2	0.055	0
430	3	1.9	1.4	0.030	0
375	4	3.4	1.8	0.150	2
432	5	1.2	1.6	0.001	0
77	6	3.4	2.8	0.060	0.8
285	9	9.7	5.6	0.140	2.4
19	12	13.8	5.2	0.240	2.1
86	12	8.6	3.4	0.190	1.2
301	12	8	4.7	0.210	1.6
288	18	3.9	1.7	0.193	2.4

Tableau VII. 1 : Récapitulatif des résultats comparés de fluorescence, gonflement et fissuration pour des éprouvettes de composition TT, conservées en enceinte humide à 38°C

Remarquons tout d'abord que l'écart-type est du même ordre de grandeur que la moyenne. Cela signifie que plus la valeur moyenne du pourcentage de surface fluorescente augmente, plus la variabilité entre les tranches augmente. Ceci correspond aux résultats obtenus sur les mesures de déformations : la largeur du fuseau augmente quand l'expansion augmente. On confirme ainsi la très grande hétérogénéité intrinsèque du développement de l'alcali-réaction.

Le tableau récapitulatif des résultats montre également que la technique de quantification des produits de réaction au sein d'une éprouvette n'est pas quantitative. Le graphe suivant permet de visualiser plus facilement les résultats.

⁶ F. Martineau (Section Géologie et Matériaux Naturels, LCPC)

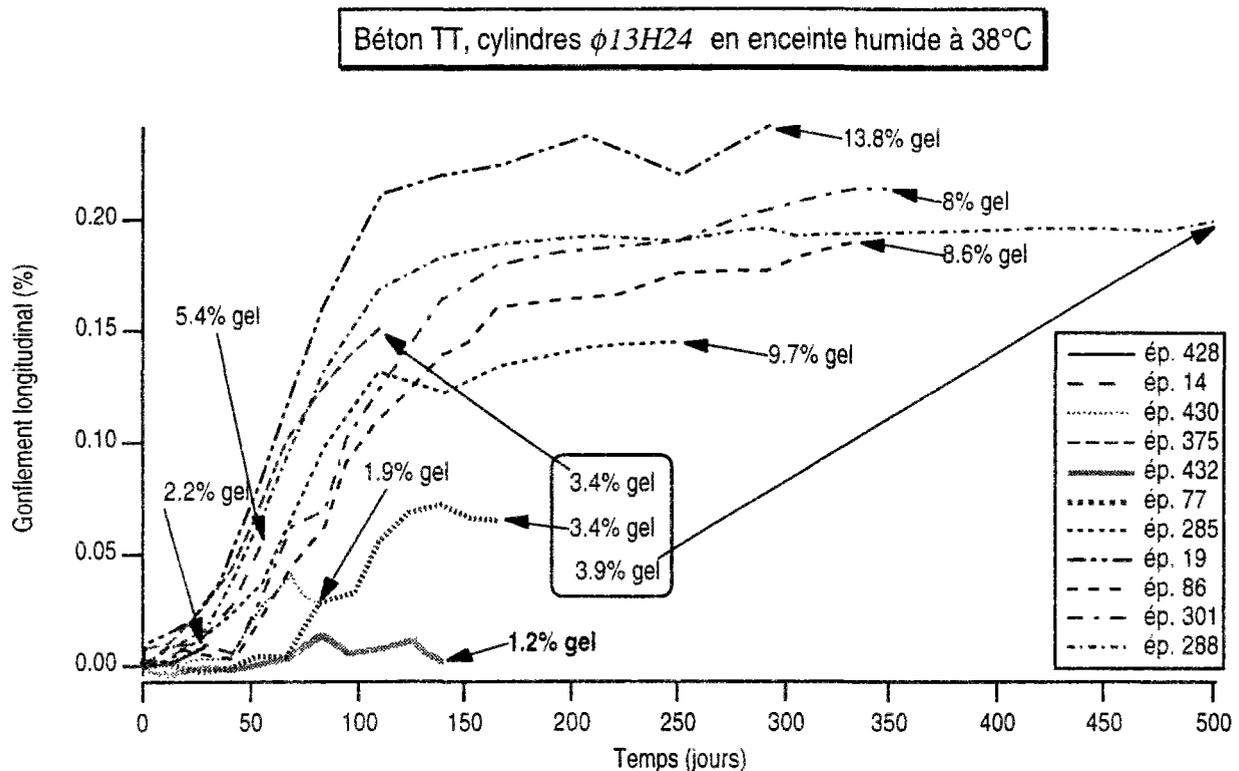


Fig. VII. 6 : Gonflements longitudinaux et pourcentages de produits d'alcali-réaction des éprouvettes conservées en enceinte humide à 38°C, puis traitées par fluorescence

On remarque sur le graphe VII. 6 que trois éprouvettes ont un pourcentage de produits d'alcali-réaction entre 3 et 4% alors que leurs gonflements longitudinaux au moment de l'essai sont très différents (0,060% ; 0,150% ; 0,193%).

L'évolution temporelle du pourcentage de produits d'alcali-réaction n'est pas monotone. En début de réaction, les pourcentages de produits d'alcali-réaction élevés corroborent les observations par microscopie à balayage montrant un fin voile de gel recouvrant en partie les échantillons. En fin de réaction, on pourrait penser que le faible pourcentage de fluorescence est consécutif à l'organisation des produits de réaction en feuillettes ou en rosettes, mais nous avons observé des produits de réaction très bien organisés géométriquement et pourtant très fluorescents. L'interprétation de ces résultats reste très délicate.

Il n'est pas très surprenant que cette méthode de quantification des produits d'alcali-réaction ne soit pas adaptée pour la comparaison d'éprouvettes entre elles, car elle n'est pas sensible à l'épaisseur des produits. Par contre, dans le cas de l'éprouvette 432, dont le gonflement est très faible, elle montre que très peu de produits de réaction ont été formés. Cette éprouvette n'était d'ailleurs pas fissurée, alors qu'à quatre mois, l'éprouvette 375 l'était déjà autant qu'une éprouvette de 12 mois.

• **Éprouvettes réactives sous aluminium à 38°C**

Des éprouvettes conservées sous aluminium à 38°C ont été traitées par fluorescence, de façon identique à celles conservées en enceinte humide.

Les valeurs moyennes et les écart-types des pourcentages de produits d'alcali-réaction sont regroupés dans le tableau suivant.

n° ep.	échéance (mois)	% gel	écart-type % gel
186	6	6.35	3.02
451	9	0.5	0.34
189	12	3.8	2.26
187	16	2.43	1.73

Tableau VII. 2 : récapitulatif des résultats de fluorescence pour des éprouvettes de composition TT, conservées sous aluminium à 38°C

Par rapport aux pourcentages de produits d'alcali-réaction des éprouvettes en enceinte humide, l'éprouvette âgée de 6 mois contient une quantité importante de produits d'alcali-réaction, malgré le manque d'apport d'eau extérieur. Les éprouvettes plus âgées contiennent particulièrement peu de produits d'alcali-réaction. Toutefois, nous avons remarqué la présence d'une fluorescence d'un vert assez foncé, qui n'apparaît pas sur les prises de vue standardisées. Ces faibles pourcentages ne sont donc pas synonymes d'absence de produits de réaction.

• **Éprouvettes réactives en enceinte humide à 23°C**

Le graphe suivant montre le gonflement longitudinal et le pourcentage de produits d'alcali-réaction des éprouvettes traitées par fluorescence.

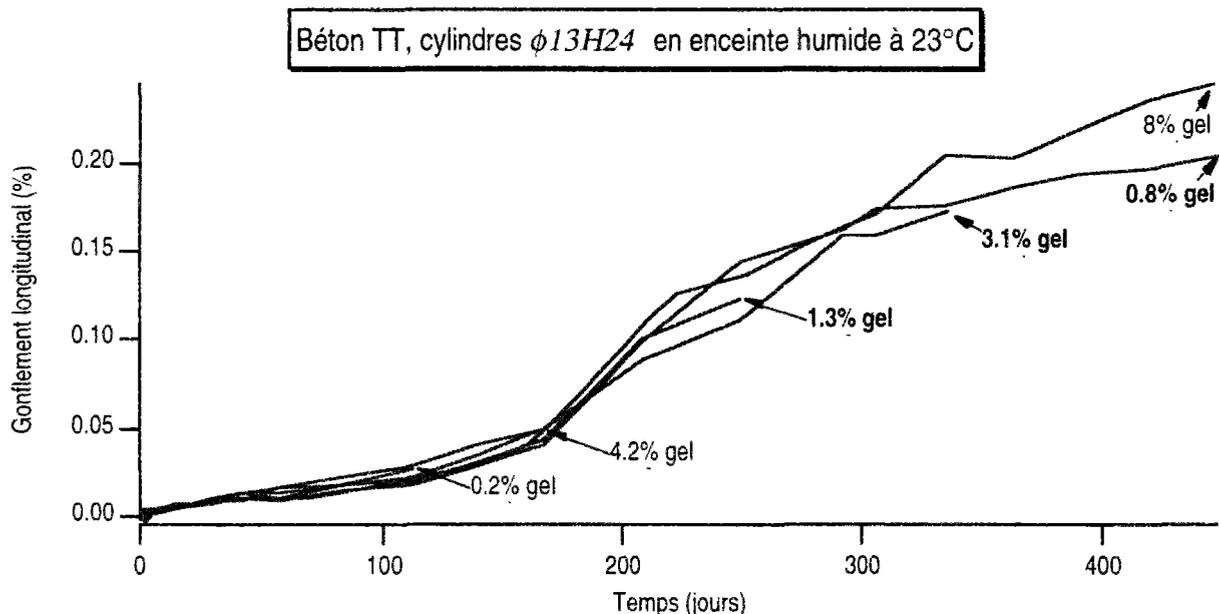


Fig. VII. 7 : Gonflements longitudinaux et pourcentages de produits d'alcali-réaction des éprouvettes conservées en enceinte humide à 23°C, puis traitées par fluorescence

On constate sur le graphe VII. 7 que, pour les deux éprouvettes âgées de 16 mois, le pourcentage de produits d'alcali-réaction varie de 1 à 10, alors que les gonflements longitudinaux sont voisins.

• **Conclusions sur l'aspect quantitatif de la méthode de fluorescence**

Le chiffrage du pourcentage de surface recouvert de produits fluorescents ne peut pas être interprété comme une évaluation de l'avancement de l'alcali-réaction au sein du béton, même pour une formulation donnée.

La comparaison entre deux bétons est encore plus difficile, surtout si la teinte des granulats est très différente : un granulat clair peut conduire à un chiffrage nettement surévalué de la fluorescence (ce fut le cas pour nos bétons témoins coulés avec un granulat du Boulonnais de couleur blanc crème).

Les points forts de cette technique restent toutefois nombreux et importants :

- sa rapidité d'utilisation rend possible l'observation de grandes surfaces de béton et donne ainsi une bonne vue d'ensemble d'un échantillon ;
- l'utilisation préalable de la fluorescence facilite le choix des échantillons pour les observations par microscopie électronique, qui, beaucoup plus longues, sont toujours plus ponctuelles ;
- la sensibilité de la méthode permet la détection de très fines épaisseurs de produits de réaction et met ainsi en évidence la localisation des produits de réaction dès leur formation ;
- on peut détecter certaines anomalies importantes en comparant des échantillons réalisés avec un même béton (voir éprouvette 432).

2. Aspects quantitatifs du programme MINÉRAUX

Le principe d'utilisation du logiciel "MINÉRAUX" a été présenté dans le chapitre III, paragraphe E. I, page 79. Rappelons que son fonctionnement permet de reconstituer la composition minéralogique d'un matériau à partir de

- sa composition chimique,
- l'identification par diffraction des rayons X des espèces minérales présentes,
- les analyses thermogravimétriques et thermiques différentielles.

Une nouvelle version de ce logiciel calcule la quantité de silice des granulats dissoute par l'alcali-réaction. Il est donc très important de voir si la précision de la méthode est suffisante pour évaluer l'avancement de l'alcali-réaction dans un béton.

Pour l'instant, nous nous sommes heurtés à un problème de représentativité des échantillons destinés aux différentes analyses. Ceci se traduit par des écarts, dans quelques cas importants, entre la teneur réelle en ciment et la teneur calculée (voir chapitre III, paragraphe E. I. 1. b, page 79).

Les résultats détaillés de trente-sept analyses ont fait l'objet d'un rapport spécifique [Louarn & Deloye. 1996]. Ils sont récapitulés en annexe 5 : RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES. Nous mentionnerons seulement ici les principaux enseignements que nous pouvons tirer de ce travail :

- L'alcali-réaction a provoqué dans nos éprouvettes une dissolution allant jusqu'à 1% de la silice des granulats (par rapport au poids total du béton séché). Ceci est à comparer à la quantité totale de silice susceptible d'engendrer une alcali-réaction, soit, d'après l'analyse minéralogique des granulats du Tournaisis, environ 2,2% pour notre béton de composition TT. Ces valeurs sont conformes aux évaluations de French [French. 1992]. Elles sont faibles car toute la silice des granulats n'est pas réactive.
- Sur les trente-sept analyses, six ont été réalisées sur des bétons réactifs, après seulement quinze jours de cure sous aluminium à 23°C et trois sur des bétons non réactifs. Les valeurs de silice dissoute obtenues dans ces neuf cas servent de référence pour savoir si les résultats obtenus sur les éprouvettes réactives plus âgées sont significatifs. Dans cinq cas, on sous-estime manifestement la silice dissoute. Dans deux autres cas, on peut au contraire penser qu'il y a eu une surestimation de la valeur. Il semble tout de même que lorsqu'il y a excès de silice il y a effectivement développement de l'alcali-réaction, par contre lorsqu'il n'y a pas d'excès, on ne peut pas affirmer qu'il n'y a pas eu d'alcali-réaction.
- Moyennant les réserves émises précédemment :
 - On remarque qu'aucun excès de silice n'est mis en évidence avant quatre mois à 23°C alors que l'on en obtient dès deux mois à 38°C. Ceci corrobore les observations macroscopiques sur l'effet de la température.
 - On constate qu'aucun excès de silice n'a été mis en évidence dans deux éprouvettes conservées pendant 6 mois sous aluminium à 38°C. Ceci contredit le résultat obtenu sur l'une d'entre elle par traitement à l'acétate d'uranyle mais conforte les résultats obtenus sur trois autres éprouvettes plus âgées.
 - Il semble que le développement de l'alcali-réaction n'a pas été entravé par l'application d'une contrainte uniaxiale de 10 MPa. Ceci est confirmé par les observations par microscopie électronique à balayage d'éprouvettes conservées sous 10 et 20 MPa.

D'autres analyses, qui devraient être vraiment représentatives des éprouvettes, sont en cours d'exploitation. La principale difficulté à laquelle se heurte systématiquement cette méthode est la détermination précise du taux de carbonatation du béton. Cette détermination est délicate et influence beaucoup le calcul de l'excès de silice. C'est pourquoi, malgré tout l'intérêt qualitatif de cette méthode, il nous semble peu probable que l'on aboutisse à une détermination de l'avancement de la réaction au sein du béton. L'incertitude sur les valeurs est trop grande par rapport aux valeurs elles-mêmes.

C. CONCLUSIONS SUR LE RÔLE DE LA TEMPÉRATURE

Nous avons cherché à suivre en parallèle, et de façon quantitative, les évolutions microscopiques et macroscopiques de l'alcali-réaction. Nous nous sommes heurtés à de sérieuses difficultés à l'échelle microscopique puisqu'aucune des deux techniques que nous avons testées n'a donné de résultats quantitatifs. Toutefois, la mise en oeuvre simultanée de plusieurs techniques d'étude de la microstructure permet de renforcer la signification des tendances que chacune met en évidence.

Ainsi, on retrouve aux deux échelles, "micro" et "macro", le rôle purement accélérateur de la température entre 23 et 38°C. À 60°C, ceci reste vrai à l'échelle macroscopique, malgré de légères nuances à l'échelle microscopique.

Nous avons de plus eu confirmation par des observations microscopiques que des produits de réaction se forment en utilisant l'eau de gâchage résiduelle mais en quantité moins importante que lorsque des apports d'eau extérieurs sont possibles.

Enfin, nous avons légèrement anticipé sur les résultats du chapitre IX sur l'effet des contraintes, puisqu'il est apparu que l'application d'une contrainte uniaxiale allant jusqu'à 20 MPa ne perturbe pas le développement chimique de l'alcali-réaction.

Avant d'étudier plus en détail, à l'échelle macroscopique, l'effet des contraintes, nous allons utiliser les résultats des chapitres précédents (V, VI et VII) pour identifier les paramètres du modèle décrivant l'évolution du gonflement libre d'un béton atteint d'alcali-réaction soumis à différentes conditions de conservation.

CHAPITRE VIII : DE L'EXPÉRIMENTATION VERS L'IDENTIFICATION D'UN MODÈLE

Par rapport aux premières hypothèses simplificatrices proposées dans le chapitre II, nous nous sommes tout d'abord aperçus qu'il convenait de prendre en compte l'anisotropie du gonflement, nous avons ensuite compris l'origine de la forme en "S" des courbes de déformations en fonction du temps et nous venons de mettre en évidence les effets importants des apports d'eau extérieurs et de la température.

Nous allons maintenant "revenir" à la modélisation pour déterminer les paramètres caractéristiques qui décrivent l'évolution du matériau, et étudier l'influence des apports d'eau et de la température sur ces paramètres.

A. Méthode de dépouillement des courbes de déformations

Rappelons l'expression (V.5) proposée dans le chapitre V, page 128 :

$$\varepsilon_{ch} = \varepsilon^{\infty} \frac{1 - e^{-\frac{t}{\tau_{carac}}}}{1 + \frac{\varepsilon^{\infty}}{b} e^{-\frac{t}{\tau_{carac}}}} \quad (V. 5)$$

Pour mieux comprendre la signification physique des paramètres introduits, nous désignerons désormais par "**temps de latence**" et nous noterons $\tau_{Latence}$ l'abscisse du point d'inflexion de la courbe représentant le gonflement libre ε_{ch} en

fonction du temps¹.

Ce temps de latence s'exprime en fonction des paramètres introduits dans le chapitre V par :

$$\tau_{\text{Latence}} = \tau_{\text{Carac}} \operatorname{Ln}\left(\frac{\varepsilon^{\infty}}{b}\right) \quad (\text{VIII. 1})$$

Nous remarquerons également que la tangente à cette courbe en ce point coupe l'asymptote après un temps égal à $2 \tau_{\text{Carac}}$, où τ_{Carac} désigne le **temps caractéristique**. Ceci est illustré sur le graphe suivant.

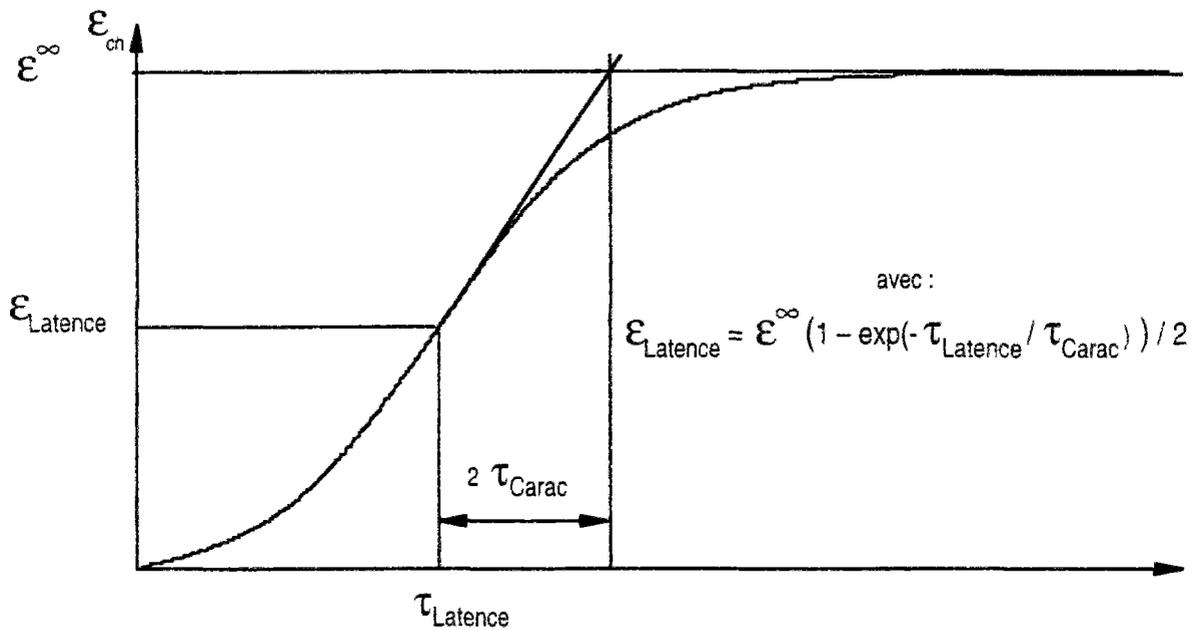


Fig. VIII .1 : Signification physique des paramètres décrivant l'évolution des déformations d'un béton atteint d'alcali-réaction

ε_{ch} peut s'exprimer en fonction des trois paramètres indépendants suivants :

- le gonflement asymptotique ε^{∞} ,
- le temps de latence τ_{Latence} ,
- le temps caractéristique τ_{Carac} .

On obtient l'expression :

$$\varepsilon_{\text{ch}} = \varepsilon^{\infty} \frac{1 - e^{-\frac{t}{\tau_{\text{Carac}}}}}{1 + e^{-\frac{(t - \tau_{\text{Latence}})}{\tau_{\text{Carac}}}}} \quad (\text{VIII. 2})$$

¹ Ce point d'inflexion peut avoir une abscisse négative. C'est le cas lorsqu'on se situe dès l'origine des temps dans la seconde partie du "S".

B. Détermination des paramètres caractéristiques

Nous allons maintenant reparcourir nos résultats expérimentaux afin de montrer que le modèle proposé décrit bien l'évolution des déformations mesurées sur éprouvette. Dans chaque cas, nous identifierons les trois paramètres : gonflement asymptotique, temps de latence et temps caractéristique.

Pour effectuer cette identification, nous avons travaillé par ajustement de courbes à l'aide d'un logiciel d'analyse de données (IGOR) utilisant l'algorithme de Levenberg-Marquart (méthode itérative basée sur la technique des moindres carrés). Les valeurs des différents paramètres sont notées sur chaque graphe.

Nous nous intéresserons tout d'abord aux éprouvettes conservées à 38°C, dans différentes conditions d'apports d'eau extérieurs, puis à d'autres températures : immergées à 33°C, en réacteur à 60°C et en enceinte à 23°C.

I. Éprouvettes en enceinte à 38°C

1. Cylindres $\Phi 13H24$

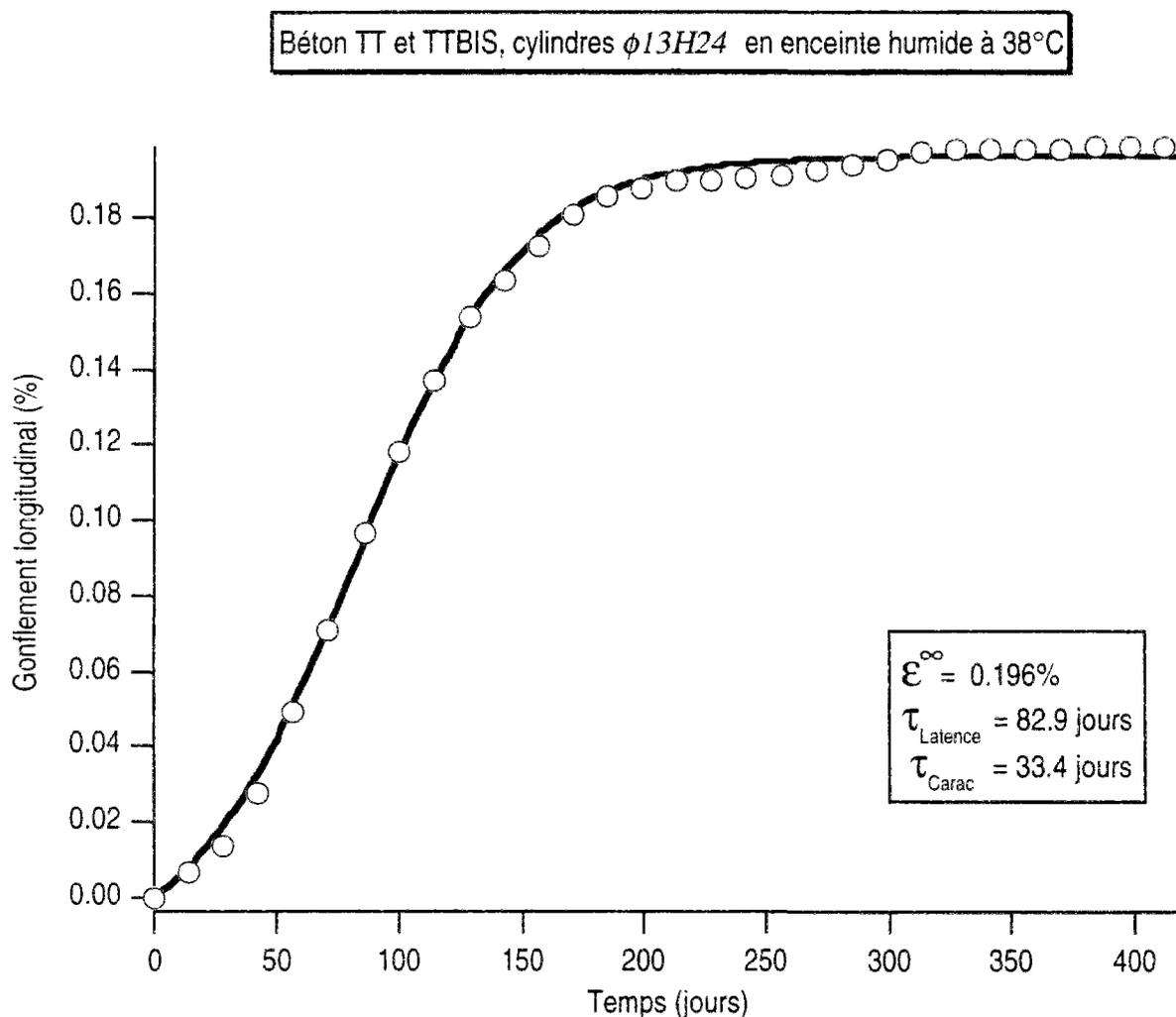


Fig. VIII. 2 : Détermination du temps caractéristique sur cylindres $\Phi 13H24$ en enceinte humide à 38°C

Étant donné la largeur du fuseau des courbes de gonflement des éprouvettes en enceinte, liée aux variations d'apports d'eau extérieurs, nous avons également recherché les paramètres régissant les déformations de certaines éprouvettes "typiques".

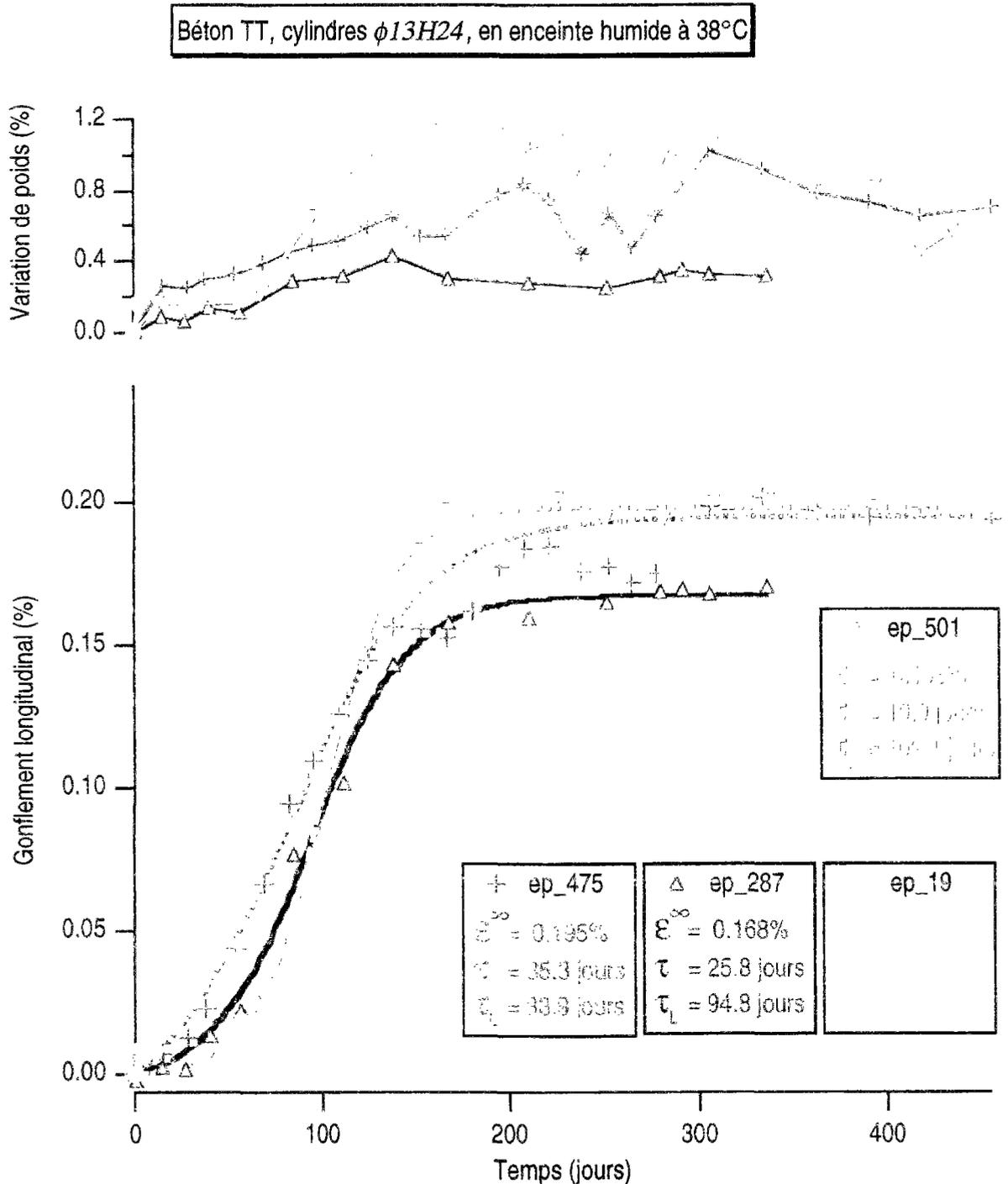


Fig. VIII. 3 : Détermination des paramètres décrivant les déformations d'éprouvettes en enceinte

On constate que le temps de latence est beaucoup plus long que le temps caractéristique, surtout lorsque les apports d'eau sont faibles (ep_287) ou tardifs (ep_501).

2. Prismes 7x7x28

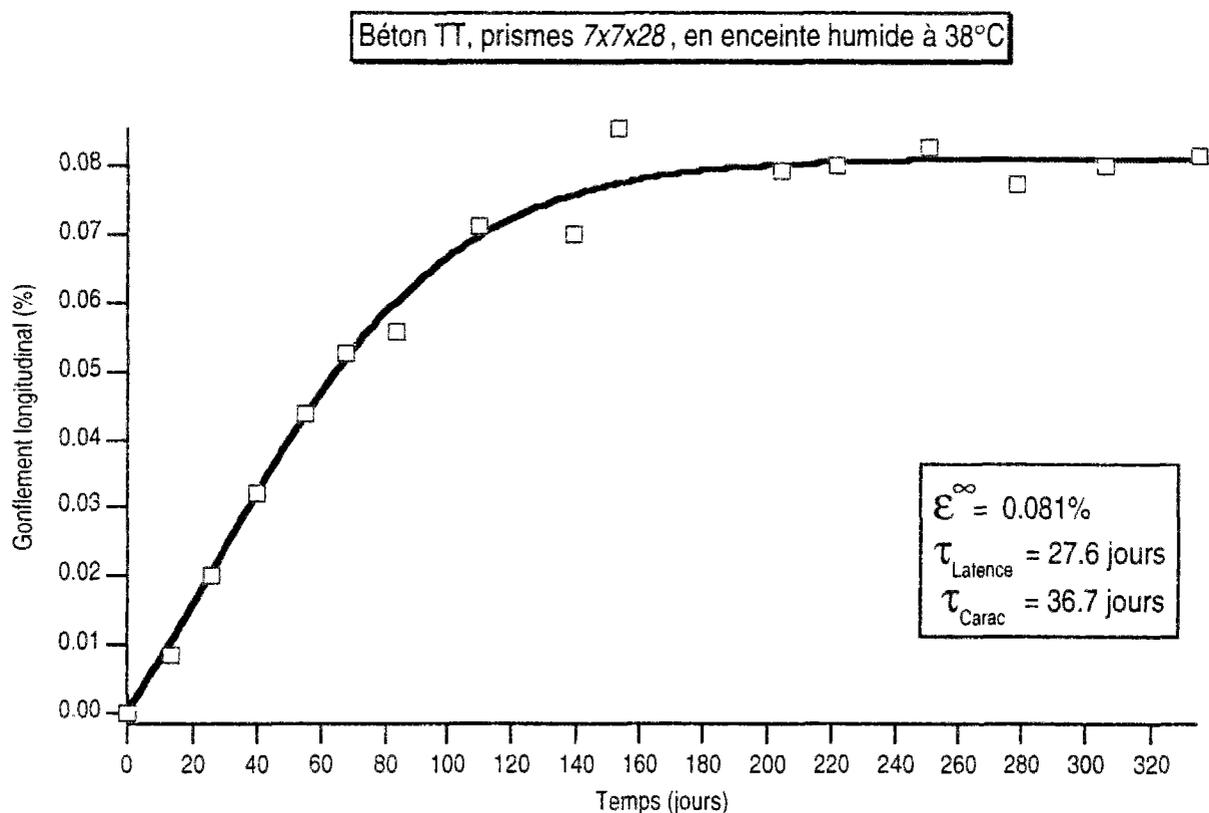


Fig. VIII. 4 : Détermination du temps caractéristique sur prismes 7x7x28 en enceinte humide à 38°C

Le temps caractéristique (37 jours) est du même ordre que pour les cylindres (33 jours), mais le temps de latence est beaucoup plus court, à cause de l'orientation de la fissuration par rapport à celle des mesures de gonflement.

II. Éprouvettes en réacteur à 38°C

1. Cylindres $\Phi 13H24$

En réacteur, les éprouvettes $\Phi 13H24$ absorbent davantage d'eau et plus rapidement qu'en enceinte, comme le montre le graphe suivant.

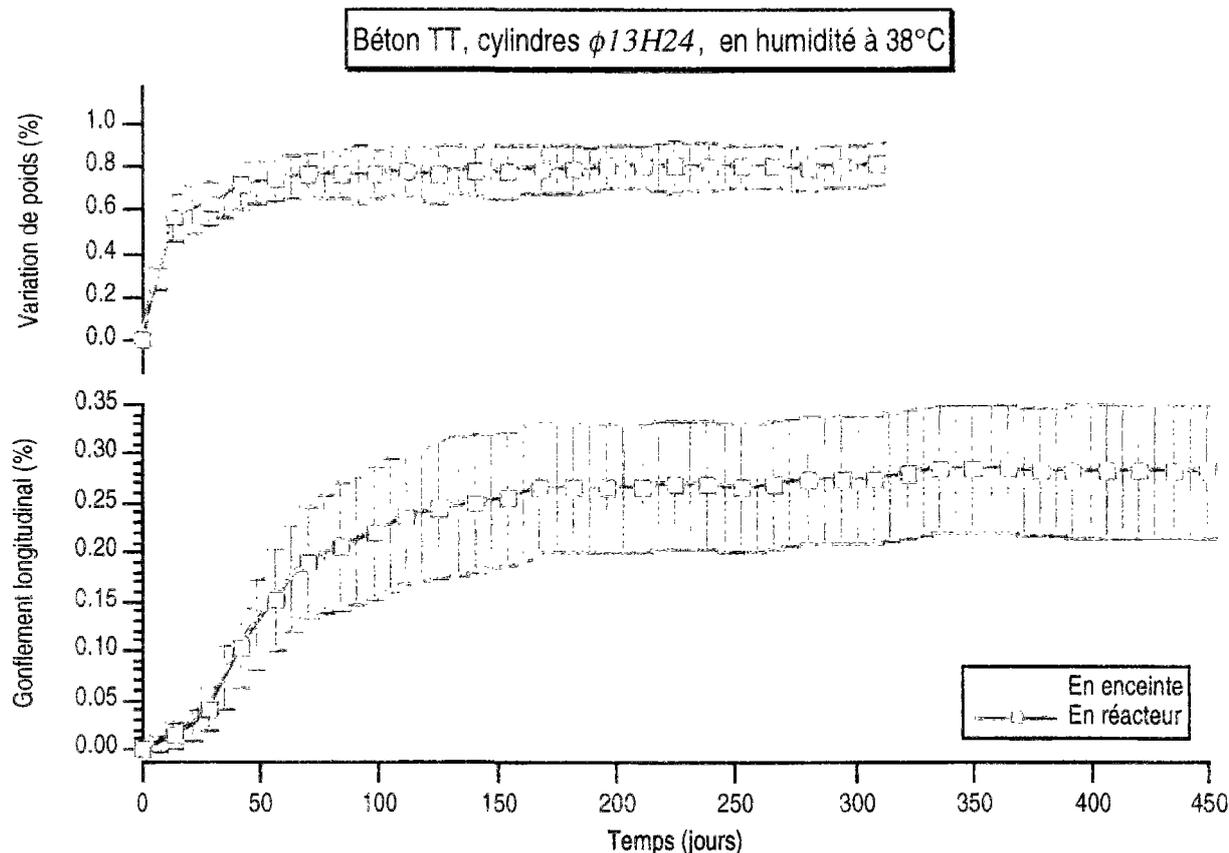


Fig. VIII. 5 : Comparaison du comportement des éprouvettes en enceinte et en réacteur

Nous avons déjà insisté sur les conséquences de ces apports d'eau plus rapides et plus abondants sur le gonflement asymptotique. Il apparaît également que la cinétique de gonflement est très différente.

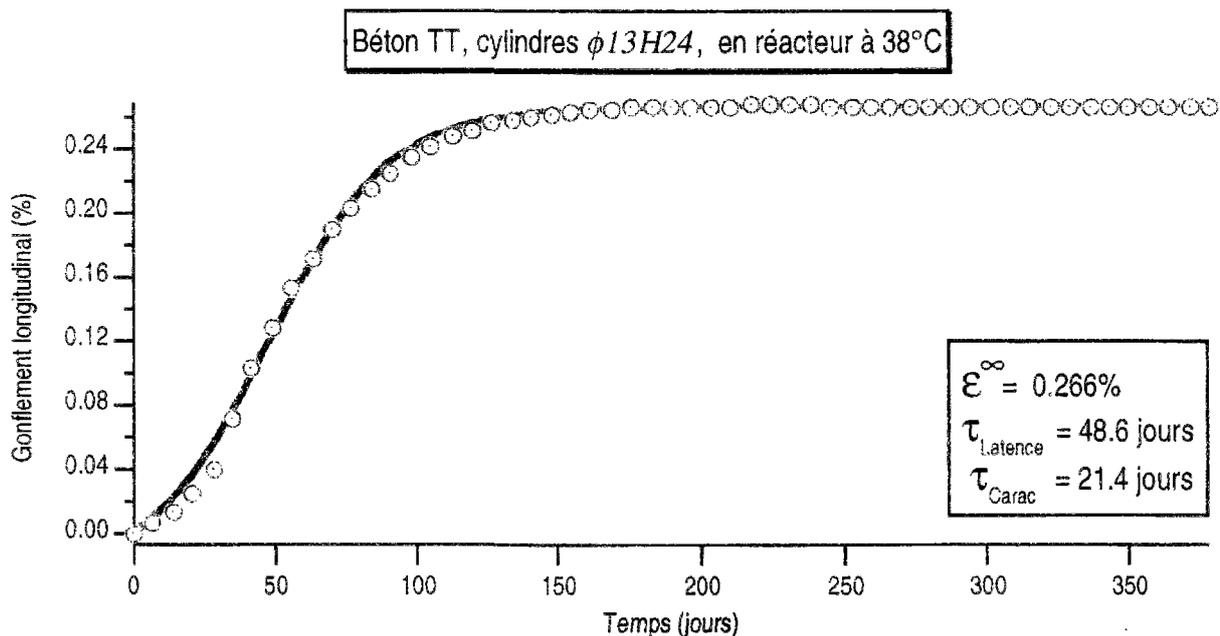


Fig. VIII. 6 : Détermination du temps caractéristique sur cylindres $\Phi 13H24$ en réacteur à 38°C

2. Prismes 7x7x28

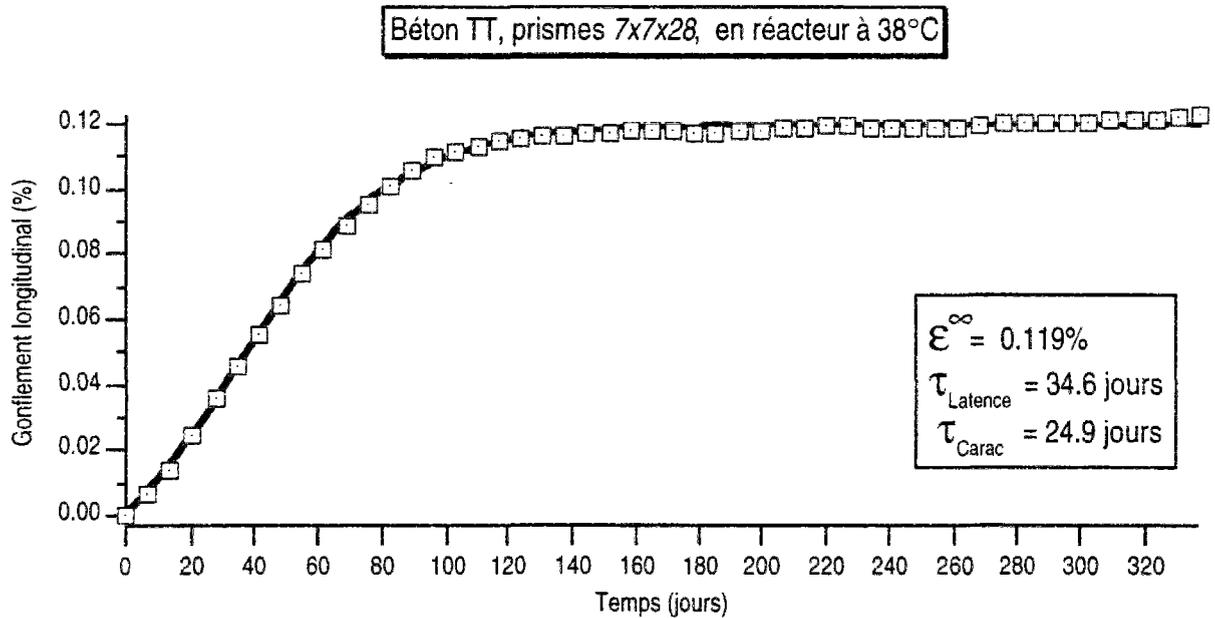


Fig. VIII. 7 : Détermination du temps caractéristique sur prismes 7x7x28 en réacteur à 38°C

Là encore, les temps caractéristiques sont voisins pour les prismes et les cylindres (25 et 21 jours).

III. Éprouvettes à poids constant à 38°C

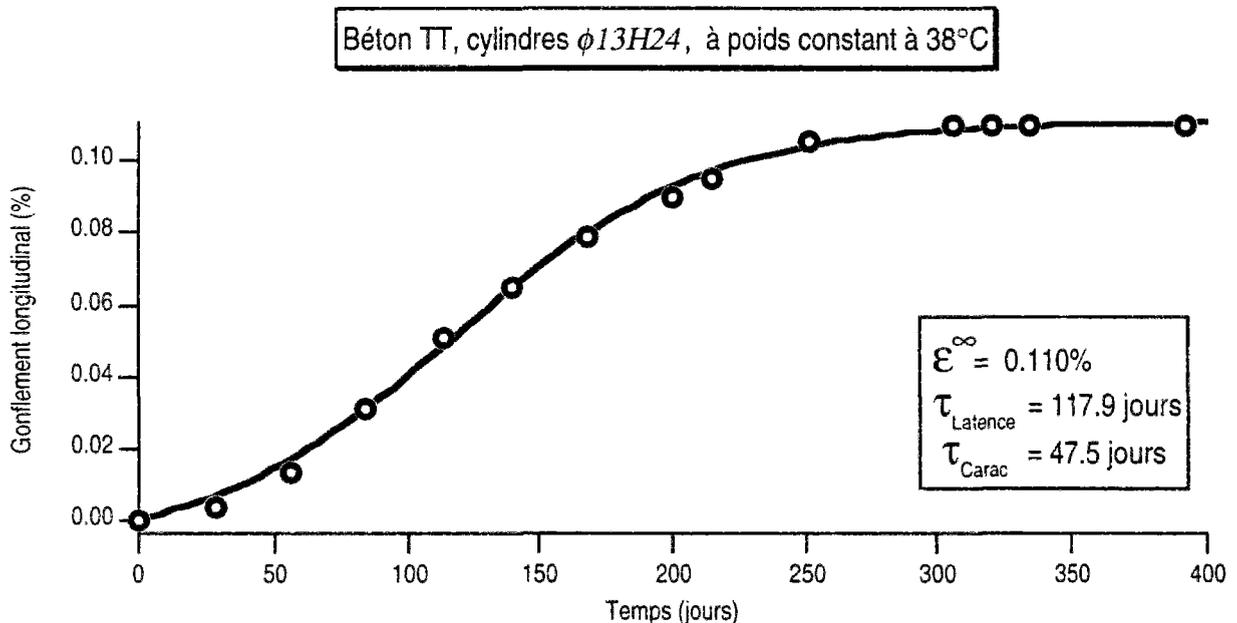


Fig. VIII. 8 : Détermination du temps caractéristique sur cylindres $\Phi 13H24$ à poids constant à 38°C

Le temps caractéristique demeure assez court, mais le temps de latence est sensiblement allongé.

IV. Éprouvettes immergées dans de l'eau à 33°C

Pour des raisons pratiques, les éprouvettes immergées ont été conservées à 33°C et non à 38°C.

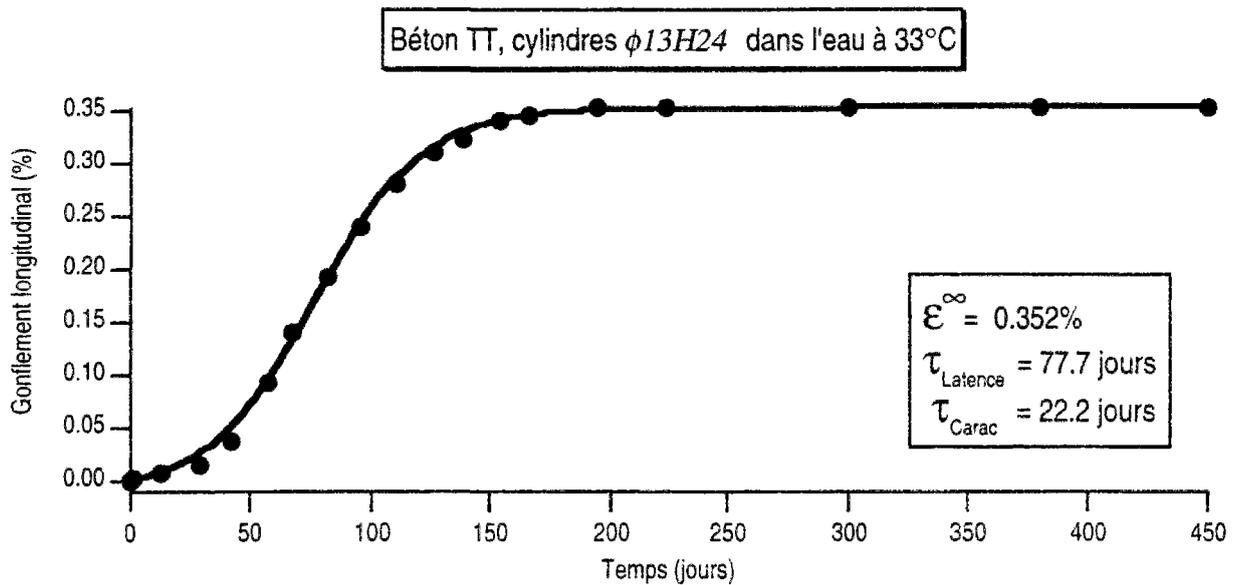


Fig. VIII. 9 : Détermination du temps caractéristique sur cylindres $\Phi 13H24$ dans l'eau à 33°C

Le temps caractéristique est très faible car les apports d'eau sont rapides et élevés. Par contre le temps de latence demeure important.

V. Éprouvettes en réacteur "à 60°C"

La signification des guillemets est expliquée en note de bas de page 181.

1. Cylindres $\Phi 13H24$

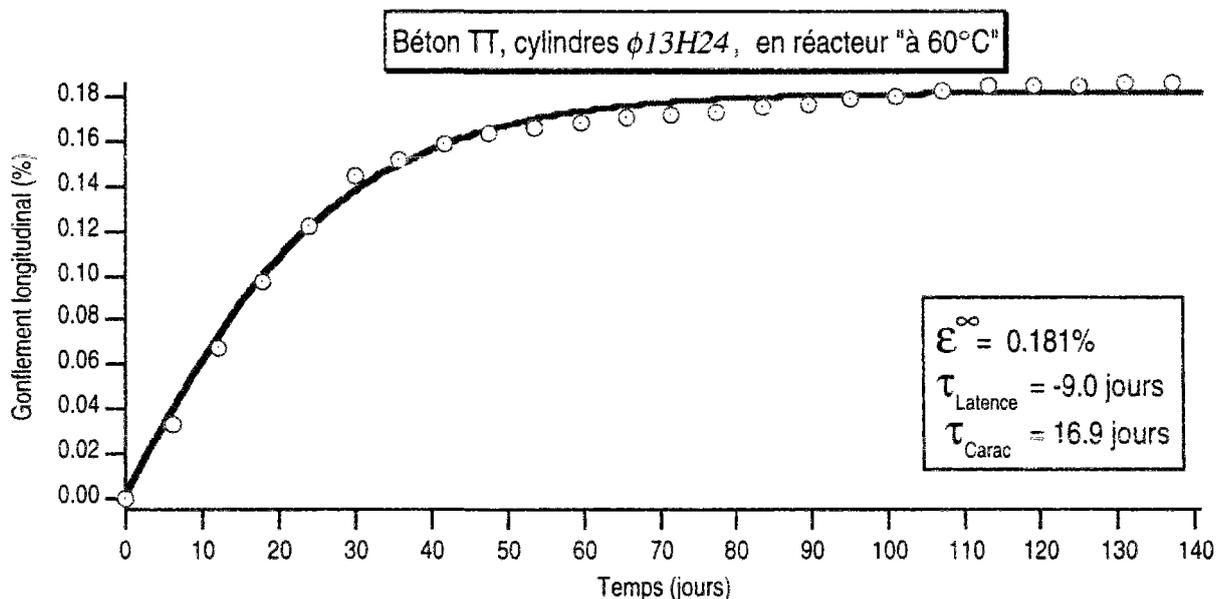


Fig. VIII. 10 : Détermination du temps caractéristique sur cylindres $\Phi 13H24$ en réacteur à environ 60°C

La courbe de gonflement est dans sa phase "exponentielle" dès le début, d'où le temps de latence négatif. Le temps caractéristique diminue sensiblement.

2. Prismes 7x7x28

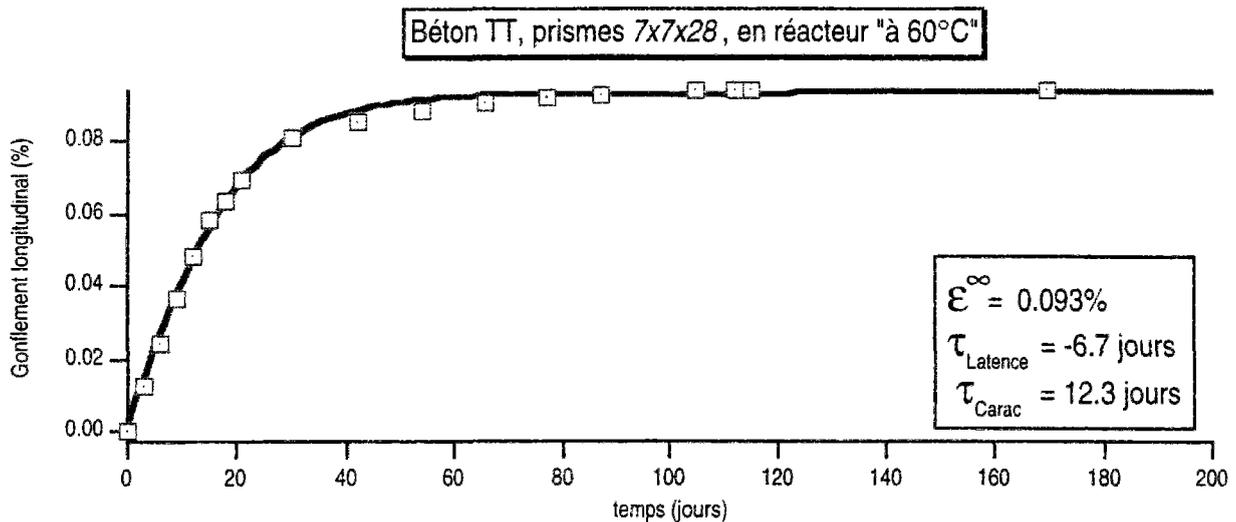


Fig. VIII. 11 : Détermination du temps caractéristique sur prismes 7x7x28 en réacteur à environ 60°C²

Les valeurs des temps caractéristiques sont si faibles qu'il est important de remarquer que nous avons sorti les éprouvettes pendant 18 heures pour chaque mesure (norme NF P 18-587).

Pour éviter ce problème, nous avons noyé des cordes vibrantes dans deux éprouvettes, et nous ne sommes pas intervenus durant toute la durée de l'essai. Nous avons seulement mesuré de l'extérieur l'évolution des fréquences et des températures au sein des éprouvettes.

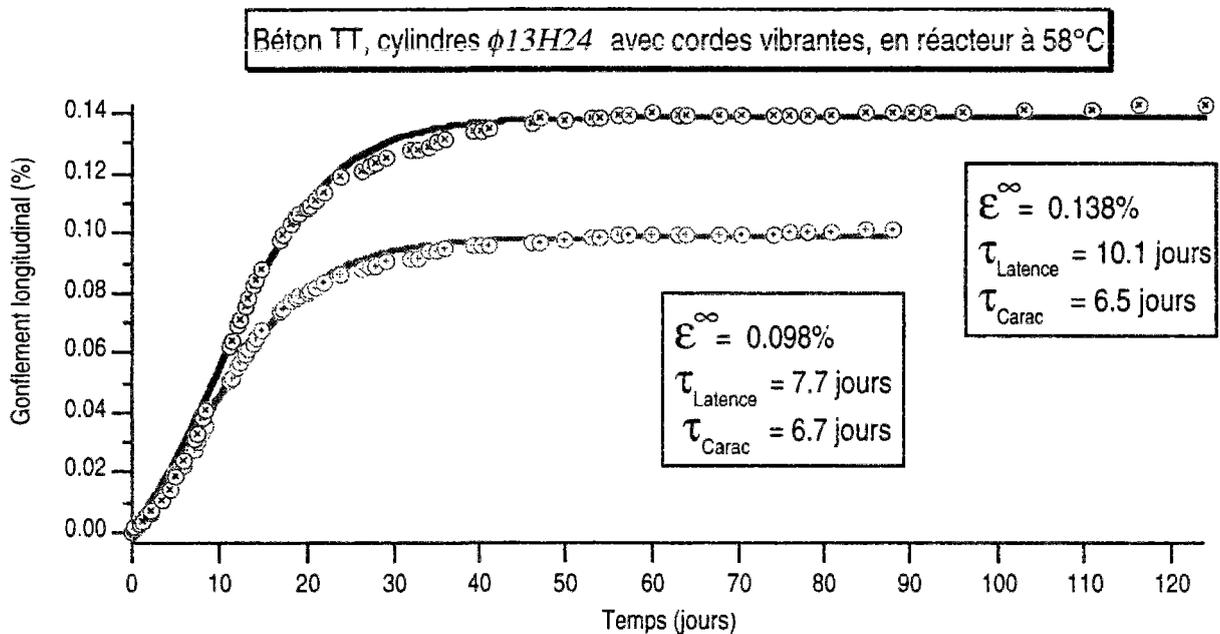


Fig. VIII. 12 : Détermination du temps caractéristique sur cylindres Φ13H24 avec cordes en réacteur à 58°C

² Sur deux cylindres Φ13H24 équipés de cordes vibrantes, nous avons mesuré la température au sein des éprouvettes, sa valeur moyenne au cours de l'essai a été de 58°C. Pour les autres essais dans le même réacteur, la température n'est pas connue avec précision suite à un non-fonctionnement de l'enregistreur, d'où les guillemets. Par contre, les essais sur prismes et sur cylindres ont été faits en même temps, ils sont donc comparables.

Les temps caractéristiques de ces essais "sans intervention" sont effectivement encore plus courts (6,5 et 6,7 jours à comparer avec 12,3 et 16,9). Par contre, les déformations asymptotiques sont plus faibles. Ceci pourrait provenir d'un problème de prise de poids, comme cela s'était produit pour une série de prismes dans le même réacteur, mais, vu le principe de ces essais, nous n'avons pas effectué de pesées régulières.

VI. Éprouvettes en enceinte à 23°C

Étudions tout d'abord sur le graphe suivant les prises de poids moyennes des éprouvettes conservées à 23°C.

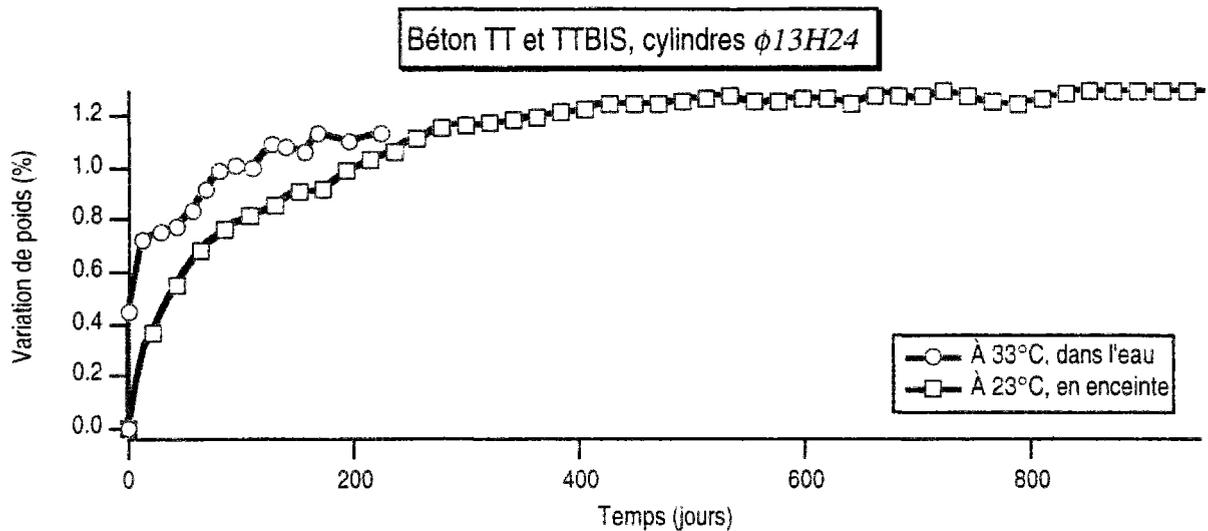


Fig. VIII. 13 : Comparaison des prises de poids et des gonflements, en enceinte à 23°C et 32°C

Les prises de poids sont plus lentes, mais, au bout d'environ 250 jours, elles sont aussi élevées que celles des éprouvettes immergées à 33°C.

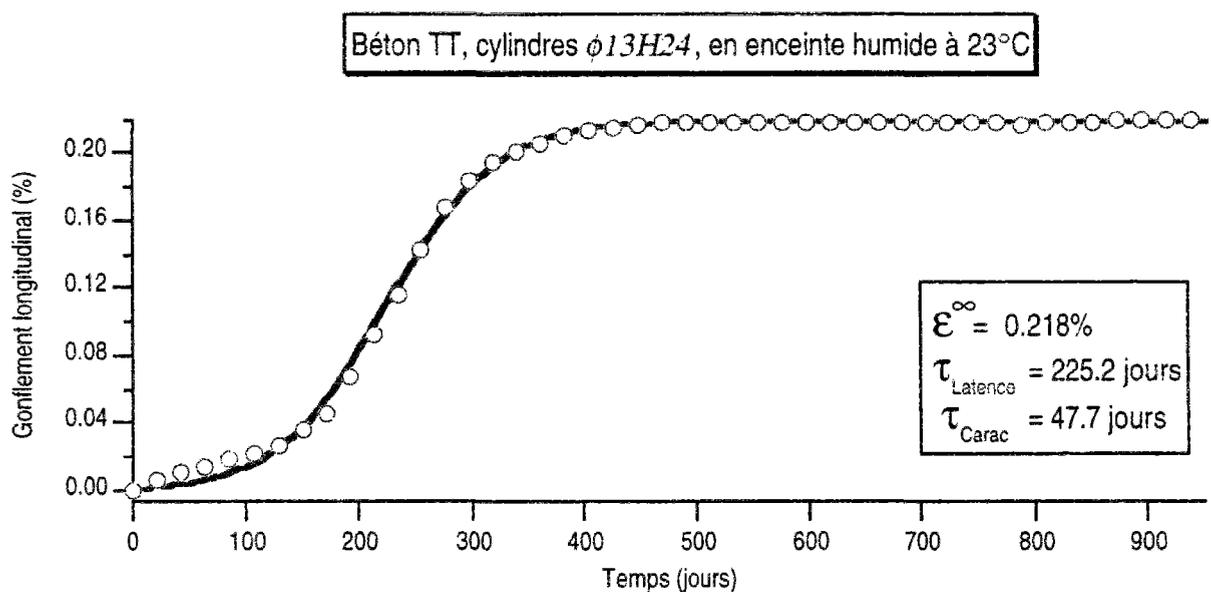


Fig. VIII. 14 : Détermination du temps caractéristique sur cylindres $\Phi 13H24$ en enceinte à 23°C

Le temps caractéristique augmente nettement moins que le temps de latence.

C. Variation des paramètres caractéristiques

Nous avons exposé dans les chapitres VI et VII les influences respectives des apports d'eau extérieurs et de la température sur le gonflement asymptotique. Nous nous intéressons ici aux variations du temps caractéristique et du temps de latence en fonction de ces deux paramètres. Récapitulons tout d'abord les résultats précédents.

Conservation	θ (°C)	ε^∞ (%)	τ_{Latence} (j)	τ_{Carac} (j)	Apport d'eau* (%)
à poids constant (cf Fig. VIII.8)	38	0.110	117.9	47.5	0.05
en enceinte (ep. moyenne, Fig. VIII. 2)	38	0.196	82.9	33.4	0.63
ep_475 en enceinte (Fig. VIII. 3)	38	0.195	83.9	35.3	0.66
ep_19 en enceinte (Fig. VIII. 3)	38	0.230	64.8	22.0	1.12
ep_287 en enceinte (Fig. VIII. 3)	38	0.167	94.9	25.8	0.43
ep_501 en enceinte (Fig. VIII. 3)	38	0.198	102.1	19.9	1.20
en réacteur (Fig. VIII. 6)	38	0.266	48.6	21.4	0.80
dans l'eau (Fig. VIII. 9)	33	0.352	77.7	22.2	1.12
en enceinte (Fig. VIII.14)	23	0.218	225.2	47.7	1.22
en réacteur (Fig. VIII. 12)	58	0.098	7.7	6.7	inconnu
en réacteur (Fig. VIII. 12)	58	0.138	10.1	6.5	inconnu

Tableau VIII. 1 : Récapitulatif des paramètres de la modélisation pour des cylindres $\Phi 13H24$

I. Temps caractéristique

1. Influence des apports d'eau extérieurs

Pour une même température de 38°C, représentons le temps caractéristique en fonction des apports d'eau, en ajoutant aux résultats du tableau VIII.1. les valeurs obtenues plusieurs autres éprouvettes.

Il est assez difficile de donner une loi précise régissant cette variation car la détermination des apports d'eau est délicate. Par exemple, on voit bien sur le graphe VIII. 3 qu'en enceinte humide l'eau arrive progressivement et de façon plus ou moins régulière. Le graphe VIII. 5 montre au contraire qu'en réacteur, elle arrive plus rapidement et avec des fluctuations moins importantes. On ne devrait donc pas comparer directement les éprouvettes conservées dans ces deux conditions. Le graphe suivant exprime toutefois une tendance à la diminution du temps caractéristique quand les apports d'eau augmentent.

* La valeur des apports d'eau est difficile à définir en enceinte, car ils sont progressifs et parfois erratiques. Conventionnellement, nous avons retenu la valeur maximale atteinte durant la phase de gonflement.

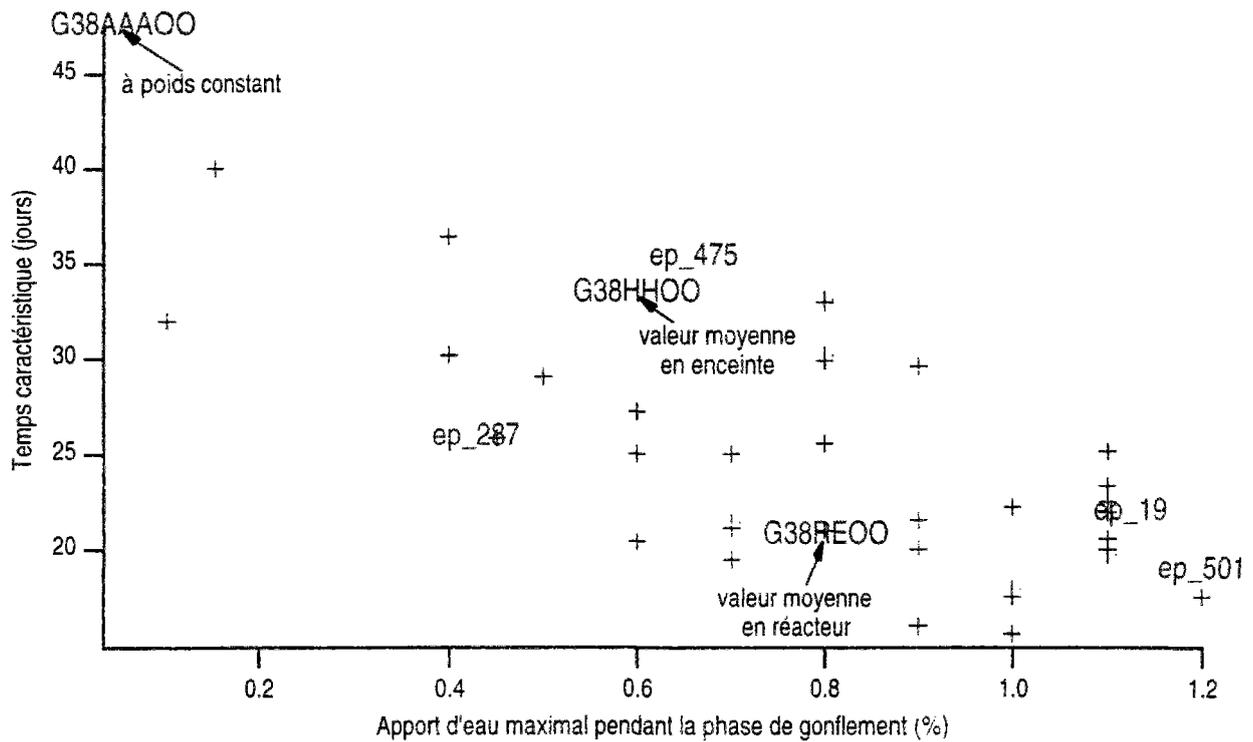


Fig. VIII. 15 : Variation du temps caractéristique en fonction des apports d'eau (à 38°C)

Cette tendance est conforme à l'expression du temps caractéristique établie dans le chapitre V, page 128, sous la forme :

$$\tau_{\text{carac}} = \frac{a}{b + \mathcal{E}^\infty} \quad (\text{V. 6}).$$

En effet, \mathcal{E}^∞ est d'autant plus grand que les apports d'eau sont importants, donc τ_{carac} diminue (a et b ne dépendent pas des apports d'eau).

2. Influence de la température

De cette même expression (V. 6) du temps caractéristique et de la remarque montrant que le coefficient a pourrait s'écrire $a = a' \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right)$, on déduit que le temps caractéristique devrait suivre une loi d'Arrhenius à l'échelle macroscopique.

Le lien "micro - macro" consiste à dire que E_a est l'énergie d'activation de la réaction chimique imposant sa cinétique à l'ensemble du processus d'alcali-réaction.

Dans cette optique, nous allons tout d'abord exploiter nos résultats sur béton pour déterminer l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation à l'échelle macroscopique, puis nous présenterons les résultats obtenus à l'échelle microscopique.

a. À l'échelle macroscopique

En traçant la valeur de $\ln(\tau_{\text{Carac}})$ en fonction de $\frac{1}{RT}$ (R : constante des gaz parfaits, T : température absolue), nous devrions trouver une droite de pente E_a .

Aux différentes températures des essais sur béton, nous avons choisi les temps caractéristiques correspondant aux apports d'eau les plus forts, de manière à ce que les temps caractéristiques soient aussi comparables que possible. Nous obtenons alors une énergie d'activation de $45,1 \pm 4$ kJ/mol.

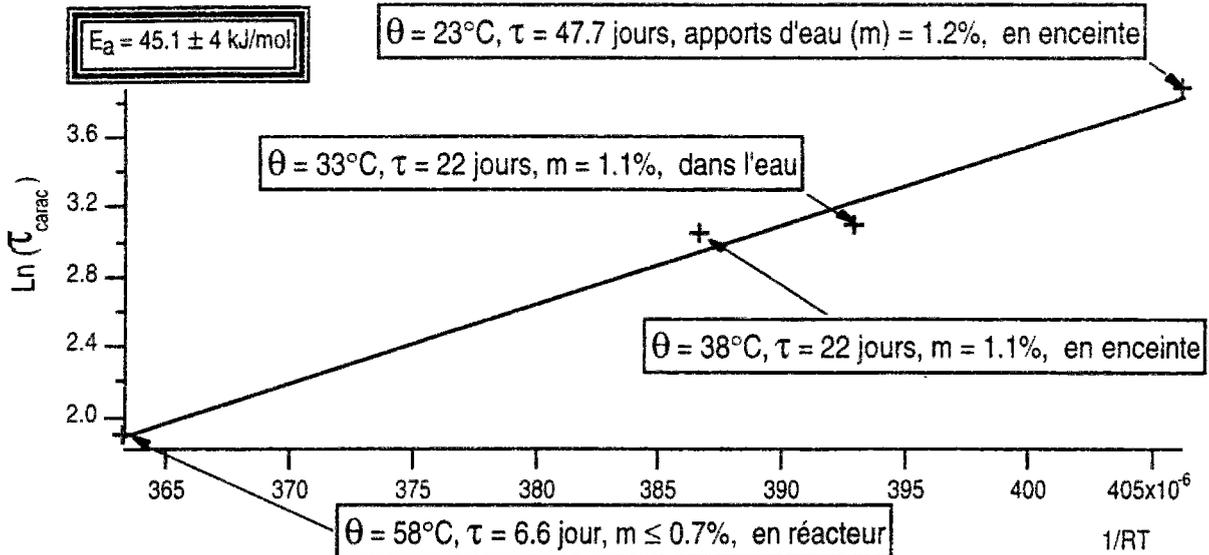


Fig. VIII. 16 : Détermination de l'énergie d'activation de l'alcali-réaction

Cette valeur est approximative. En effet, si l'on compare les apports d'eau à ceux des éprouvettes immergées à 33°C , on remarque que :

- à 23°C , les apports d'eau sont plus lents (cf. graphe VIII. 13 page 182), mais l'hydratation du ciment l'est aussi et elle est à l'origine du déséquilibre hydrique qui provoque la pénétration d'eau dans les éprouvettes. Or l'eau recouvrait en permanence les éprouvettes, on peut donc affirmer que l'eau était disponible à volonté.
- à 38°C , où l'hydratation est rapide, même en choisissant une éprouvette avec une forte prise de poids, cette dernière est moins rapide que pour les éprouvettes immergées à 33°C (voir graphe VIII. 17, page 185) donc il y a eu un manque d'eau pendant environ un mois.

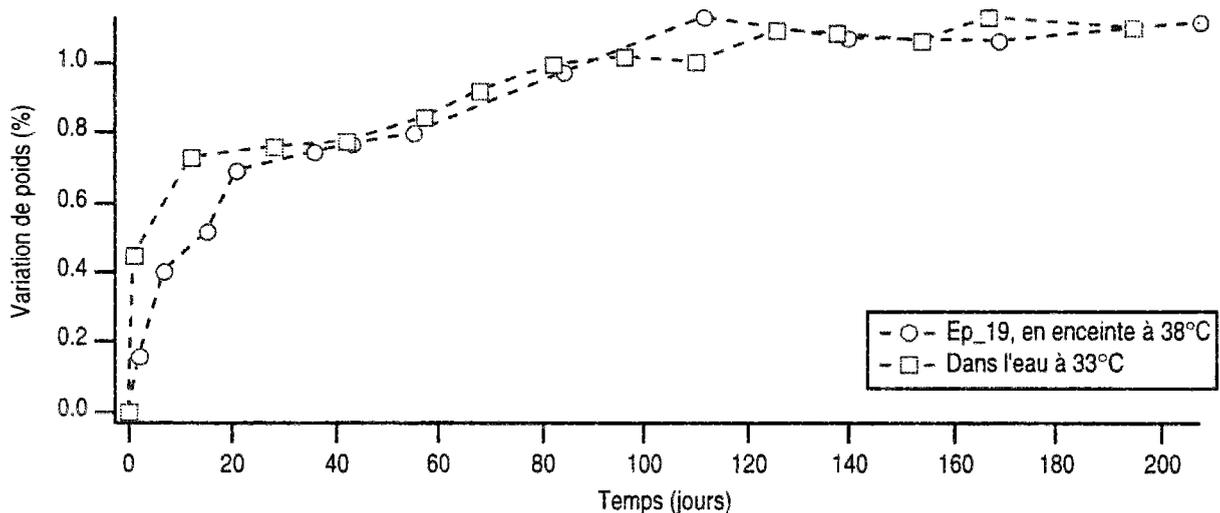


Fig. VIII. 17 : Prise de poids de l'éprouvette 19 en enceinte humide à 38°C et d'éprouvettes immergées à 33°C

- à 60°C, les apports d'eau ont très certainement été sensiblement inférieurs à ceux des éprouvettes immergés (voir le chapitre VII, graphe VII. 4 et VII. 5 pages 160 et 161, ainsi que le commentaire du graphe VIII. 12 page 182).

Ces remarques permettent de penser que la pente de la droite, donc l'énergie d'activation, est très vraisemblablement supérieure à 45 kJ/mol. Par exemple, si l'on calcule sa valeur à partir des seuls temps caractéristiques à 23 et 33°C, on obtient 58,7 kJ/mol. Ceci est certainement beaucoup plus proche de la réalité.

b. À l'échelle microscopique

Deux approches ont été suivies pour identifier une énergie d'activation à l'échelle microscopique (cf. Chapitre III paragraphe F, page 85) :

- des essais de formation de produits d'alcali-réaction à partir d'opale de Saint-Eynac et de portlandite en milieu alcalin³,
- des essais de solubilisation de la silice de granulats immergés dans une solution alcaline⁴.

L'intérêt de la première approche est de reproduire les conditions de solubilisation de la silice en présence de calcium. On devrait théoriquement pouvoir comparer directement l'énergie d'activation obtenue par cette méthode avec l'énergie d'activation déterminée à l'échelle macroscopique car les conditions d'attaque des granulats sont similaires.

L'intérêt de la seconde approche réside dans sa simplicité, qui a permis de réaliser ce type d'essais à de nombreuses températures, à la fois sur l'opale de l'étude précédente et sur nos granulats calcaires du Tournaisis. Sa limite réside dans le fait que les conditions de solubilisation sont très différentes de celles existant au sein du béton, où la silice est consommée au fur et à mesure de sa solubilisation par la formation des produits d'alcali-réaction.

La force de cette double approche est de permettre de vérifier la cohérence entre des résultats totalement indépendants.

essais de formation de produit d'alcali-réaction

L'énergie d'activation de la réaction globale de formation des produits d'alcali-réaction à partir d'opale a été calculée à partir de deux séries d'essais, à 20 et 38°C. Sa valeur est de 48,3 kJ/mol [Massard et al. 1997].

En recalculant la valeur de l'énergie d'activation correspondant à la seule réaction de solubilisation de l'opale en milieu alcalin, la valeur obtenue est de 84 kJ/mol. En déterminant par ailleurs cette valeur à partir des essais "du deuxième type", on obtient 72,3 kJ/mol [G. Loos. 1995]. Les résultats semblent donc cohérents.

³ P. Massard, A. Perruchot, J. Lombardi de l'Université Paris-Sud

⁴ G. Loos (Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées de Strasbourg)

essais de solubilisation en milieu alcalin

L'énergie d'activation a également été déterminée pour nos granulats du Tournaisis à partir de leurs vitesses initiales de solubilisation en milieu alcalin à différentes températures. À 38, 60 et 80°C, cette vitesse est constante pratiquement jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint. À 23°C, on observe un changement de pente après environ 200 jours.

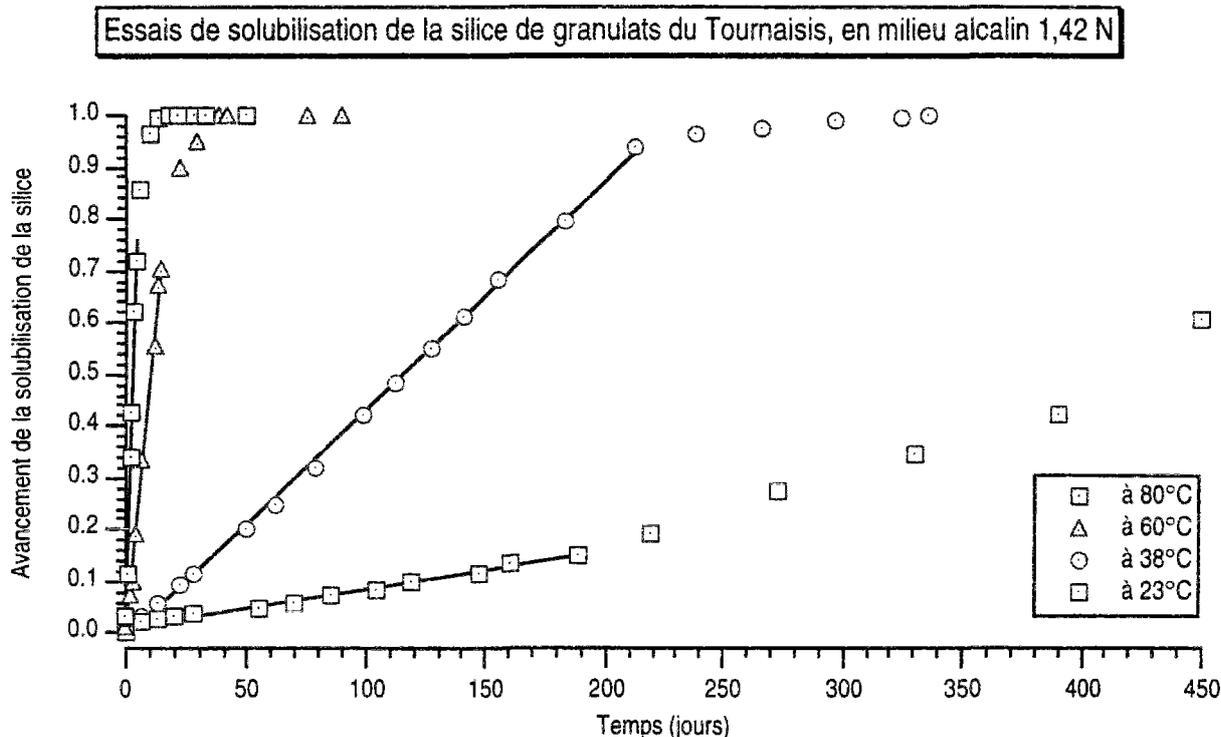


Fig. VIII. 18 : Solubilisation de la silice en milieu purement alcalin

Le graphe VIII. 18 représente l'avancement de la solubilisation de la silice en fonction du temps, ainsi que les vitesses initiales de ces courbes, que nous récapitulons dans le tableau suivant.

température (°C)	vitesse initiale de solubilisation (jour ⁻¹)
23	7.2E-04
38	4.4E-03
60	4.8E-02
80	2.0E-01

Tableau VIII. 2 : Vitesses initiales de solubilisation de la silice en fonction de la température

Si cette réaction suit une loi d'Arrhenius, sa vitesse est de la forme :

$$v(T) = v_0 e^{-\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)}$$

En traçant son logarithme en fonction de $-1/RT$ (avec toujours les mêmes notations pour R et T), nous obtenons une droite dont la pente est l'énergie d'activation.

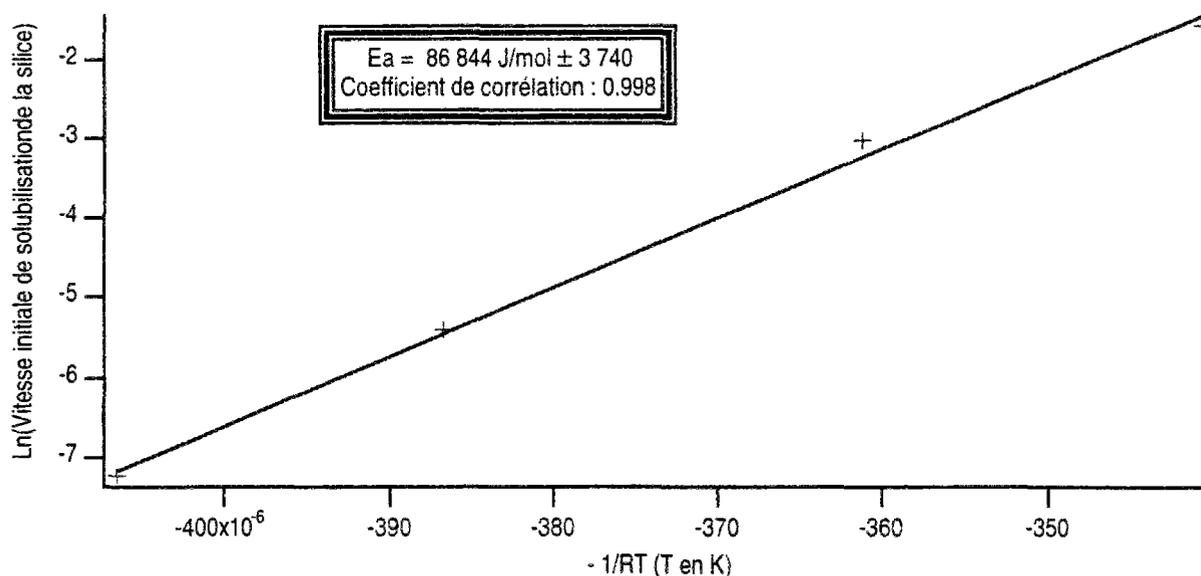


Fig. VIII. 19 : Détermination de l'énergie d'activation de la solubilisation de la silice à partir des vitesses initiales

La valeur ainsi calculée est de $86,8 \pm 3,7 \text{ kJ/mol}$.

Jusqu'à présent, il n'a pas été possible de réaliser les essais du "premier type" sur nos gravillons calcaires. On ne peut donc pas comparer cette valeur à celle de l'énergie d'activation macroscopique et mener ainsi à terme l'établissement d'un lien "micro-macro".

Par contre, on remarque également sur le graphe VIII. 18 que la vitesse de solubilisation de la silice à 38°C est constante pendant environ 200 jours. Or, dans ces essais, la solubilisation s'arrête parce qu'on a atteint l'équilibre entre le potentiel chimique de la silice solide et celui de la silice dissoute. Donc, dans le béton, où la silice est consommée au fur et à mesure de sa solubilisation, la réaction pourra se poursuivre encore plus longtemps. Pourtant, les gonflements se stabilisent en moins de 200 jours à cette même température de 38°C (voir par exemple le graphe VII. 1). On peut donc conclure que les déformations ne cessent pas à cause de l'arrêt de la réaction chimique, mais parce que les produits de réaction ont suffisamment d'espace pour se former sans engendrer de nouvelles déformations.

À partir de l'énergie d'activation macroscopique évaluée sur béton entre 45 et 60 kJ/mol, on peut calculer le temps caractéristique à une température de 10°C , considérée comme la température moyenne d'un ouvrage dans la moitié Nord de la France. Sa valeur ne dépasse pas 150 jours pour un béton disposant d'eau à volonté au moment de la formation des produits de réaction et 450 jours pour un béton à poids constant.

Ce temps caractéristique, déterminant la durée de la seconde phase de l'alcali-réaction (après le point d'inflexion), n'explique donc pas la cinétique d'apparition des désordres sur le terrain. Ceci peut provenir de deux causes distinctes :

- Les ouvrages autres que les barrages subissent la plupart du temps, dans un climat comme le nôtre et en dehors de zones présentant un problème particulier, une dessiccation qui bloque la réaction.
- Cette phase "exponentielle" commence tardivement.

Nous allons donc maintenant nous intéresser à la période qui la précède, que nous avons nommée "période de latence", tout en remarquant que des déformations non négligeables apparaissent au cours de son déroulement.

II. Temps de latence

Le temps de latence est lié à la forme sigmoïdale des courbes de gonflement et donc à l'évolution des conditions de diffusion au sein du béton. On peut interpréter le début de cette phase de latence comme une période de gonflement progressif dû à la formation des produits de réaction à l'interface pâte-granulat puis, lorsque le calcium disponible à proximité immédiate des granulats est consommé, les conditions de diffusion sont essentielles pour la poursuite des déformations et dépendent des déformations elles-mêmes car elles provoquent une augmentation de l'espace poreux. On comprend bien que les apports d'eau extérieurs, qui influent directement sur l'amplitude des déformations, et la température, qui modifie la vitesse de formation des produits de réaction, soient des paramètres essentiels du temps de latence.

1. Influence des apports d'eau extérieurs

En enceinte, le temps de latence varie en fonction des apports d'eau extérieurs, tout comme le temps caractéristique. C'est surtout au début de la vie des éprouvettes que les apports d'eau modifient sa valeur. Pour illustrer ce résultat, nous avons corrélié, sur le graphe suivant, le temps de latence à la valeur moyenne des prises de poids pendant la période de latence.

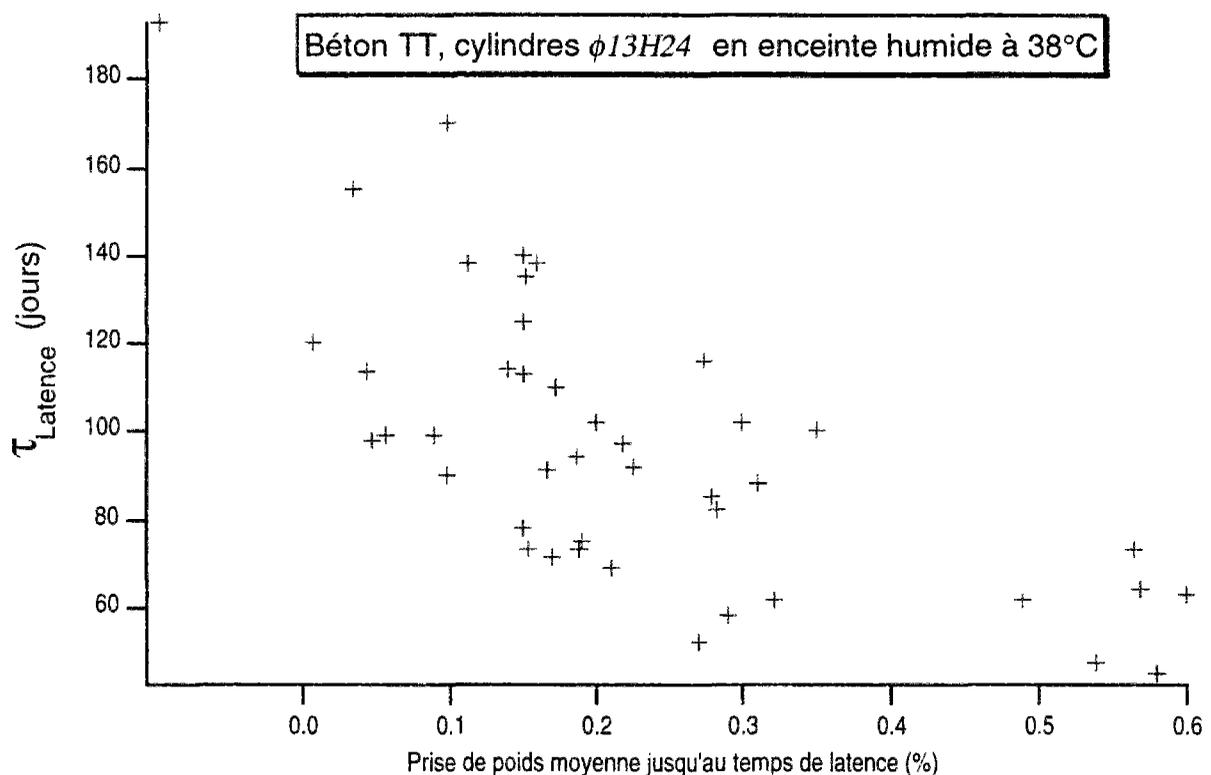


Fig. VIII. 20 : Variation du temps de latence en fonction des apports d'eau, en enceinte humide à 38°C

Effectivement, le temps de latence diminue lorsque les apports d'eau augmentent. Sa variation peut aller du simple au triple. Un long temps de latence correspond à des déformations augmentant tardivement. Ceci est pratiquement toujours directement consécutif à des difficultés d'approvisionnement en eau.

2. Influence de la température

Pour pouvoir comparer les temps de latence en fonction de la température, il faut que les éprouvettes soient soumises à des apports d'eau extérieurs identiques. Cela n'est pas rigoureusement le cas pour nos essais. C'est donc seulement à titre indicatif que nous traçons le graphe représentant cette variation.

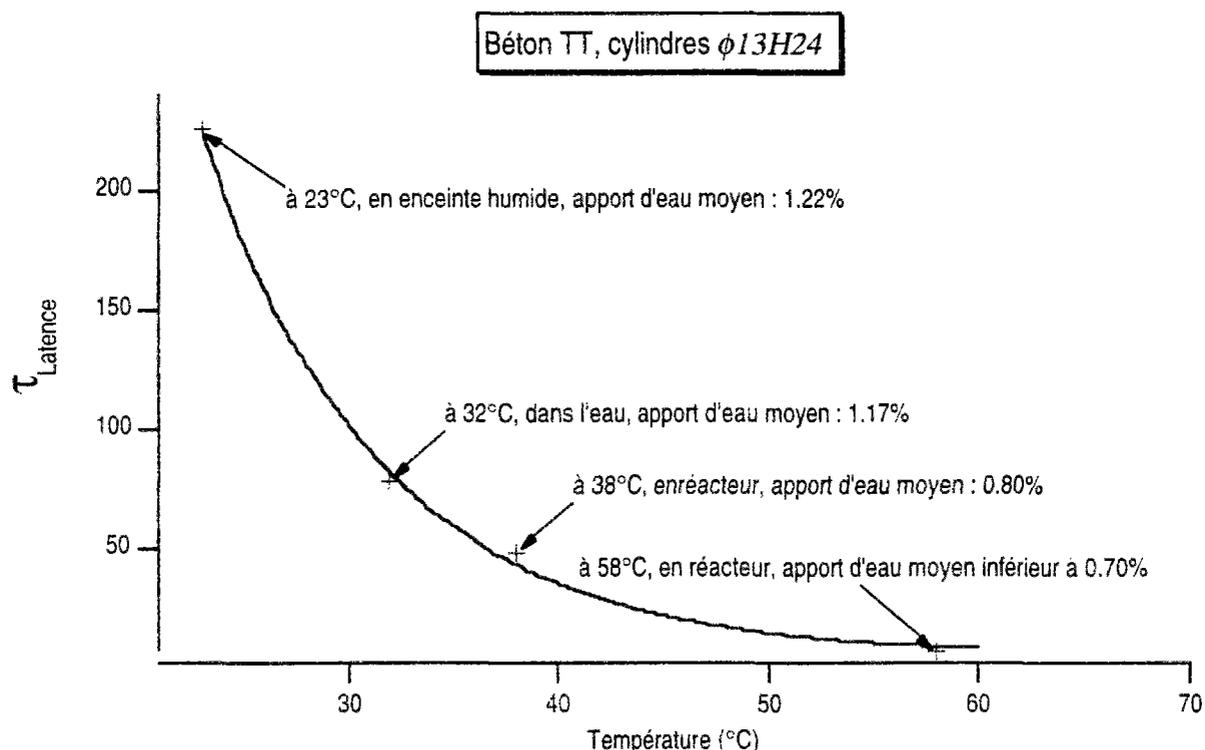


Fig. VIII. 21 : Variation du temps de latence en fonction de la température

Si les apports d'eau avaient été plus importants à 38 et 60°C, les temps de latence auraient été plus courts et l'augmentation en fonction de la température encore plus forte. Elle est déjà particulièrement élevée et semble suivre une loi exponentielle. Une simple extrapolation, pour une température moyenne de 10°C, conduit à une valeur d'environ trois ans, pour un béton immergé. Cette valeur pourrait être trois fois plus importante pour un béton sans arrivée d'eau.

Rappelons que, d'après la valeur des temps caractéristiques et de l'énergie d'activation calculée précédemment, on obtiendrait, à la même température de 10°C, et toujours pour un béton immergé, un temps caractéristique inférieur à 150 jours, soit près de 7 fois plus faible que le temps de latence.

Il apparaît donc que la phase de latence est particulièrement importante dans le développement des conséquences de l'alcali-réaction sur les ouvrages.

De plus, s'il y a dessiccation – ce qui est certainement le cas des ponts français en dehors des parties d'ouvrages anormalement arrosées – la réaction est bloquée dès que l'on dépasse un certain seuil de perte en eau⁵ et le retrait de dessiccation apparaît, comme dans un béton non réactif.

⁵ Même si la valeur de -0,15% (que nous avons obtenue pour le béton TT) ne peut pas être généralisée sans précaution pour tous les bétons, ce seuil est probablement toujours assez proche de zéro. La dessiccation risque donc de bloquer la progression de l'alcali-réaction durant une partie de l'année.

Quant aux barrages, d'une part la diffusion de l'eau est lente (proportionnel au carré de la distance à parcourir), d'autre part, la température de l'eau qu'ils retiennent, et bien souvent, la température ambiante sont faibles (zones montagneuses).

Toutes ces remarques paraissent cohérentes avec les observations que l'on peut faire sur le terrain : les dégradations mettent des années à apparaître – sauf dans les pays chauds et humides – puis elles peuvent évoluer assez rapidement, avec, à titre d'exemple, des vitesses d'expansion qui peuvent atteindre 0,35 mm / an.

D. CONCLUSIONS SUR LE “RETOUR À LA MODÉLISATION”

Le comportement macroscopique du béton, se traduisant par son gonflement et sa fissuration peut se diviser en **deux phases principales** :

- une **phase de latence** pendant laquelle le gonflement apparaît progressivement et augmente après apparition de la fissuration,
- une **phase “à atténuation exponentielle”** où “l'efficacité” des produits de réaction diminue, suite à l'augmentation de l'espace poreux lors du développement des déformations.

À l'issue de cette seconde phase, la réaction chimique n'est pas forcément achevée, mais l'espace disponible pour “loger” les produits de réaction ne leur permet plus de provoquer de gonflement lors de leur formation.

Cette observation pourrait s'expliquer par le fait que les ions calcium disponibles autour des granulats ont été épuisés par la formation des premiers produits de réaction, à l'interface pâte-granat. La silice et la portlandite dissoutes migreraient donc dans l'espace poreux, avant la formation des produits de réaction. Ainsi, cette formation se déroulerait préférentiellement dans les zones où il est le plus facile de se déplacer, c'est-à-dire dans les zones de plus forte porosité, les produits formés engendrant alors moins de déformations.

Le temps de latence et le temps caractéristique, définissant les deux phases de développement de l'alcali-réaction, dépendent à la fois des apports d'eau extérieurs et de la température.

Entre un béton immergé et un béton à poids constant, tous deux varient environ du simple au triple.

L'effet de la température sur le **temps caractéristique** se traduit au moyen d'une **énergie d'activation** que nous avons évaluée à l'échelle macroscopique entre 45 et 60 kJ/mol. Les études “in - vitro” conduites en parallèle indiquent que la formation des produits de réaction est bien à l'origine du comportement macroscopique du béton.

Le temps de latence varie de façon exponentielle avec la température, dans des proportions beaucoup plus importantes que le temps caractéristique, ce qui fait de la **phase de latence la phase principale du développement de l'alcali-réaction**.

Ceci permet de mieux comprendre le délai d'apparition des désordres sur ouvrage et montre que **la cinétique d'évolution de l'alcali-réaction est très fortement dépendante des phénomènes de transport, aussi bien à l'échelle microscopique, pour la diffusion des réactants sur de très courtes distances, qu'à l'échelle macroscopique, pour la migration de l'eau au sein d'une structure.**



CHAPITRE IX : EFFET DES CONTRAINTES

L'influence des contraintes sur les déformations engendrées par l'alcali-réaction a été relativement peu étudiée, surtout sur béton. Avant d'aborder la partie expérimentale de nos travaux, nous ferons une rapide analyse des données existantes.

L'apport principal de notre programme expérimental consiste à mesurer, avec précision, les déformations longitudinales et transversales d'éprouvettes maintenues sous contrainte constante tout au long de l'essai. Ceci permet d'évaluer le gonflement volumique.

Par ailleurs, cette étude est, à notre connaissance, l'une des seules à s'intéresser à une éventuelle répercussion de la contrainte sur le développement de la réaction chimique elle-même.

A. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I. Résultats expérimentaux

Il existe d'assez nombreux résultats sur l'influence des armatures sur les déformations ou sur le développement de contraintes en cas de gonflement gêné. Ces études sont très intéressantes pour les informations qualitatives qu'elles apportent (voir [Larive. 1990]) mais ne sont pas directement utilisables dans le cadre du modèle que nous proposons. En effet, on peut difficilement connaître l'état de contrainte du béton. Nous recherchons plutôt ici des données de déformations sous contraintes constantes ou de contraintes sous déformations imposées.

1. Influence d'une contrainte uniaxiale

En 1954, McGowan et Vivian ont été les premiers à étudier l'effet de charges statiques sur l'expansion de prismes de mortier à base d'opale. De très faibles contraintes (0,07, 0,14 et 0,35 MPa) suffisaient pour réduire considérablement les expansions mesurées. Par contre, après déchargement à 112 jours, l'expansion redevenait importante [Mc Gowan & Vivian. 1954].

En 1988, Hoobs, après avoir constaté qu'il n'existait quasiment pas de données sur la question, a refait une étude analogue, en appliquant les mêmes contraintes sur des barres de mortier de caractéristiques identiques [Hoobs. 1988]. L'interprétation de ces résultats est assez difficile, car, sans qu'aucune explication ne soit donnée, on remarque que le gonflement est plus fort sous une contrainte de 0,35 MPa que sous 0,07 ou 0,14 MPa. De même, l'application d'une contrainte de 0,07 MPa après 112 jours d'essais augmente l'expansion par rapport au gonflement libre...

Ces informations sont données à titre de curiosité, mais sont en fait très difficilement exploitables. En effet :

- le comportement d'un mortier n'est pas directement transposable à celui d'un béton (voir par exemple [Swamy & Al-Asali. 1986]),
- les granulats d'opale, avec leur effet de pessimum, sont un cas particulier que l'on ne rencontre dans aucun béton d'ouvrage d'art français,
- la taille des éprouvettes n'est pas mentionnée,
- la méthode d'application de la charge n'est pas précisée,
- les conditions expérimentales sont décrites très succinctement.

Dans le cas de l'article évoqué ci-dessus, de nombreux éléments rendent difficile, voire impossible, l'utilisation des résultats publiés. D'une manière générale, force est de reconnaître que les renseignements apportés par la littérature sur l'influence des contraintes sont insuffisants. Ils ont été rassemblés dans un article de Durand, Roux, Houde et Blanchette, dans lequel ces auteurs montrent, en outre, que des barres de mortier dont le gonflement est gêné peuvent développer des contraintes allant jusqu'à 4,5 MPa [Durand et al. 1991].

Une des premières études sur béton a été réalisée sur des carottes de 69 mm de diamètre et de 120 mm de hauteur, extraites d'un ouvrage atteint d'alcali-réaction¹ puis soumises à des essais de gonflement dans l'eau, à pression atmosphérique, et sous 1, 3 et 5 MPa [Le Roux et al. 1992]. Le gonflement longitudinal est d'autant plus faible que la contrainte est plus élevée : alors que le gonflement sans chargement avoisine les 0,7% en 1 an, sa valeur ne dépasse pas 0,3% pendant la même durée sous 1 MPa ; elle est inférieure à 0,1% sous 3 MPa et quasiment nulle sous 5 MPa.

2. Influence d'une contrainte triaxiale

À notre connaissance, la première étude de ce type est due à Clergue et Corneille [Clergue & Corneille. 1989]. Leur approche visait en fait à mettre au point un essai rapide de détection de la réactivité des granulats. Elle a mis en évidence l'apparition de poussées radiales de 1 MPa lorsque les déformations axiales d'un mortier à base de calcaire de Spratt étaient empêchées. La durée de l'essai (28 jours) n'a pas permis de savoir à quelle valeur ces contraintes se seraient stabilisées.

Cette étude a été reprise dans la thèse de Baulande [Baulande. 1993]. En faisant percoler une solution de soude sous une pression de 3 bars à l'intérieur d'éprouvettes de mortier², ce dernier a obtenu, en 15 jours à 38°C, le développement d'une contrainte de 6 à 8 MPa, en empêchant les déformations axiales d'éprouvettes réactives alors que la contrainte ne dépassait pas 3,5 MPa pour les mortiers non réactifs. La déformation volumique totale d'un mortier à base de calcaire siliceux était de 0,54%. Toujours en 15 jours, mais cette fois-ci en imposant des pressions de confinement de 4 (ou 6 MPa) sur le même mortier, le gonflement volumique est tombé à -0,7% (ou +0,01%).

Les résultats de Baulande sont difficiles à interpréter car, pour deux des trois mortiers censés être réactifs, aucune trace de développement de produits d'alcali-réaction n'a été mise en évidence par microscopie électronique à balayage. L'auteur en conclut que l'alcali-réaction ne produit pas forcément de gels ou que les phénomènes observés sont peut-être dus à des cristallisations tardives de phases normales du ciment. Comme il le fait lui-même remarquer, il est difficile d'être affirmatif, à cause de la très courte durée de l'essai (15 jours à 38°C). Ces résultats ont été repris dans une publication récente [Prince et al. 1996].

Concernant le développement de l'alcali-réaction dans un béton soumis à des contraintes triaxiales connues, nous ne connaissons à ce jour aucune autre publication. On peut toutefois penser que l'application d'une telle contrainte a pour conséquence de modifier la pression de la solution interstitielle, mais que, dans la gamme de résistance du béton, cette variation de pression reste vraisemblablement suffisamment faible pour que l'étape de solubilisation de la silice se déroule – sur le plan de la cinétique et de l'équilibre – pratiquement comme en gonflement libre. Par contre, la localisation et la nature des produits d'alcali-réaction pourraient éventuellement être modifiées.

¹ Le cas de l'ouvrage dont proviennent les carottes est présenté dans un article de Godart [Godart. 1993]

² Cinq mortiers ont été étudiés, trois à base de granulats réactifs et deux à base de granulats non réactifs.

Les observations par microscopie électronique à balayage, faites dans la thèse de Baulande sur le seul mortier réactif dans lequel des produits d'alcali-réaction ont effectivement été détectés, montrent que ces derniers se situent dans les pores et à l'interface pâte-granulat, c'est-à-dire sans changement par rapport à un béton en gonflement libre. Il serait intéressant de connaître, par comparaison à des éprouvettes identiques en gonflement libre, la proportion de produits dans ces deux localisations. On pourrait alors savoir si davantage de produits se forment dans les pores, zones où, localement, les pressions sont moins élevées. Si tel était le cas, ceci diminuerait le gonflement volumique potentiel du matériau. Actuellement, nous ne disposons pas de suffisamment d'éléments pour conclure.

II. Prise en compte de l'influence des contraintes dans les modélisations macroscopiques de l'alcali-réaction

Les rares modélisations de l'alcali-réaction qui ont essayé de prendre en compte l'effet de la contrainte sur les déformations ont souffert du peu de données disponibles. En particulier, comme le remarquait Clark, aucune donnée n'était disponible sur béton jusqu'en 1989 [Clark. 1989].

May, Wen et Ballendran [May et al. 1992], [May et al. 1996], [Wen & Balendran. 1996] utilisent une relation entre le gonflement et la contrainte, basée sur une importante étude expérimentale (sur béton) de Cope, Wen et May, qui ne prend en compte que le gonflement mesuré dans la direction de la contrainte appliquée [Cope et al. 1994]. De plus, d'après les explications données sur le montage expérimental, les essais n'ont pas été réalisés sous contrainte rigoureusement constante et il est impossible de distinguer la part du fluage et celle du gonflement consécutif à l'alcali-réaction. Cette étude présente malgré tout l'originalité d'inclure des essais de déformation sous une contrainte de traction. Pour des valeurs de traction de 1 et 1,5 MPa, les éprouvettes ont rompu en moins d'un mois alors que, pendant cette période, les éprouvettes de mêmes caractéristiques en gonflement libre ne présentaient pas encore de gonflement significatif. Ceci tend à prouver qu'avant même que le béton ne se déforme sensiblement, une microfissuration se développe au sein des éprouvettes.

Travaillant sur la même formulation de béton, Jones et Clark aboutissent à des conclusions inverses : pour des contraintes de traction encore plus fortes (2 et 4 MPa), d'une part leurs éprouvettes ont supporté le chargement pendant près de 250 jours, d'autre part, après avoir soustrait les déformations d'origine mécanique, ces auteurs affirment que la traction a un effet négligeable sur le gonflement dû à l'alcali-réaction [Jones & Clark. 1996]. Par ailleurs, ils ont tenté de mesurer l'expansion transversale d'éprouvettes sous contraintes, mais – avec un appareil de mesure de résolution 250 microdéformations³ – ils n'ont mis en évidence aucune modification de ces déformations et en déduisent que la mesure des gonflements longitudinaux est suffisante.

³ Pour le diamètre de 10 cm de leurs éprouvettes, une division représente un gonflement de 0,025%. À ceci s'ajoute les incertitudes sur la répétabilité et la reproductibilité des mesures. En particulier, le repositionnement introduit certainement une incertitude supérieure à celle provenant de la résolution.

Capra, Bournazel et Moranville-Regourd ont analysé l'effet de la contrainte sur le gonflement, par l'intermédiaire de l'étude de la propagation des fissures au sein du matériau. Leurs travaux ne prennent pas en compte la bifurcation des fissures sous l'effet de la contrainte, ce qui conduit à des résultats de gonflement macroscopique que nous ne retrouvons pas expérimentalement [Capra et al. 1996]. Dans sa thèse, Capra a ensuite utilisé les premiers résultats de gonflement sous contrainte que nous avons publié au dernier Congrès sur l'alcali-réaction, à Melbourne, mais il ne disposait pas alors de tous les éléments permettant l'interprétation de ces données brutes [Capra. 1997].

B. MESURE DES DÉFORMATIONS SOUS CONTRAINTES

Rappelons que ces essais ont été réalisés dans des bâtis de fluage de type "LCPC" (voir Chapitre III, paragraphe B. I, page 61) dont les vérins plats métalliques ont été remplacés par des vérins plats à membrane en caoutchouc pour assurer une bonne reproductibilité des chargements. Cette dernière est indispensable car quatre éprouvettes $\Phi 13H24$ sont superposées dans chaque bâti et, périodiquement, une éprouvette est sortie et remplacée par une autre.

Ce roulement des éprouvettes permet d'en multiplier le nombre et donc de s'assurer de la reproductibilité des valeurs de déformation sous charge constante, tout en disposant d'éprouvettes d'âges variés pour d'autres essais, après déchargement : essais de gonflement libre ou essais destructifs (mécaniques ou chimiques).

Nous allons tout d'abord vérifier que ce roulement ne gêne pas le comportement des éprouvettes restant en place. Nous exposerons ensuite les résultats des mesures longitudinales, puis transversales. Nous évaluerons alors le gonflement volumique des éprouvettes, avant de montrer leur comportement après déchargement et d'aborder la question du couplage entre la réaction chimique et la contrainte.

I. Principe des essais

Environ neuf mois après le premier chargement, nous avons déchargé les bâtis pour remplacer une éprouvette par une nouvelle, les trois autres ont été rechargées à la même valeur de contrainte. Constatons ci-dessous que ceci ne perturbe pas le déroulement de l'essai pour les trois éprouvettes restant en place.

- Pour le bâti chargé à 5 MPa, le graphe suivant montre que l'écart maximum entre le gonflement longitudinal, avant et après les opérations de déchargement et de rechargement, est de 2 micromètres sur une base de mesure de 10 cm. Ceci est tout à fait négligeable car l'incertitude-type sur la mesure est de $\pm 2,2$ micromètres sur cette même base ; de plus la poursuite des déformations n'est pas du tout modifiée.

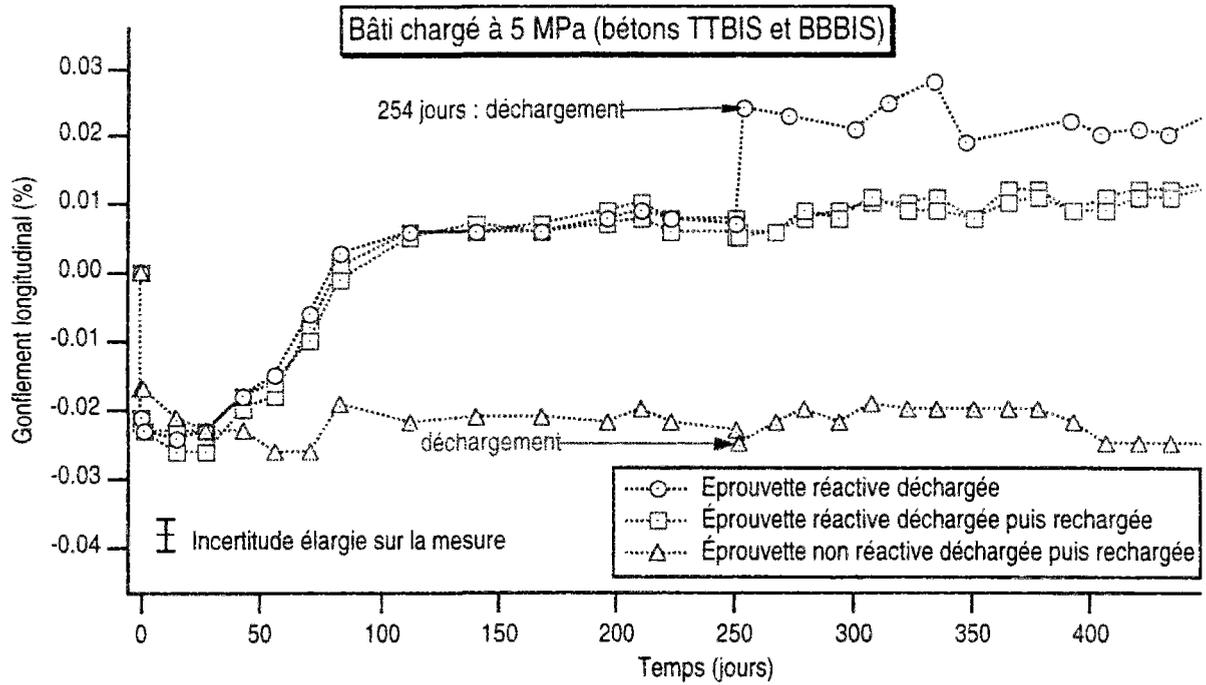


Fig. IX. 1 : Gonflement longitudinal lors du rechargement d'éprouvettes sous contrainte uniaxiale de 5 MPa

Observons maintenant sur le graphe suivant les déformations transversales.

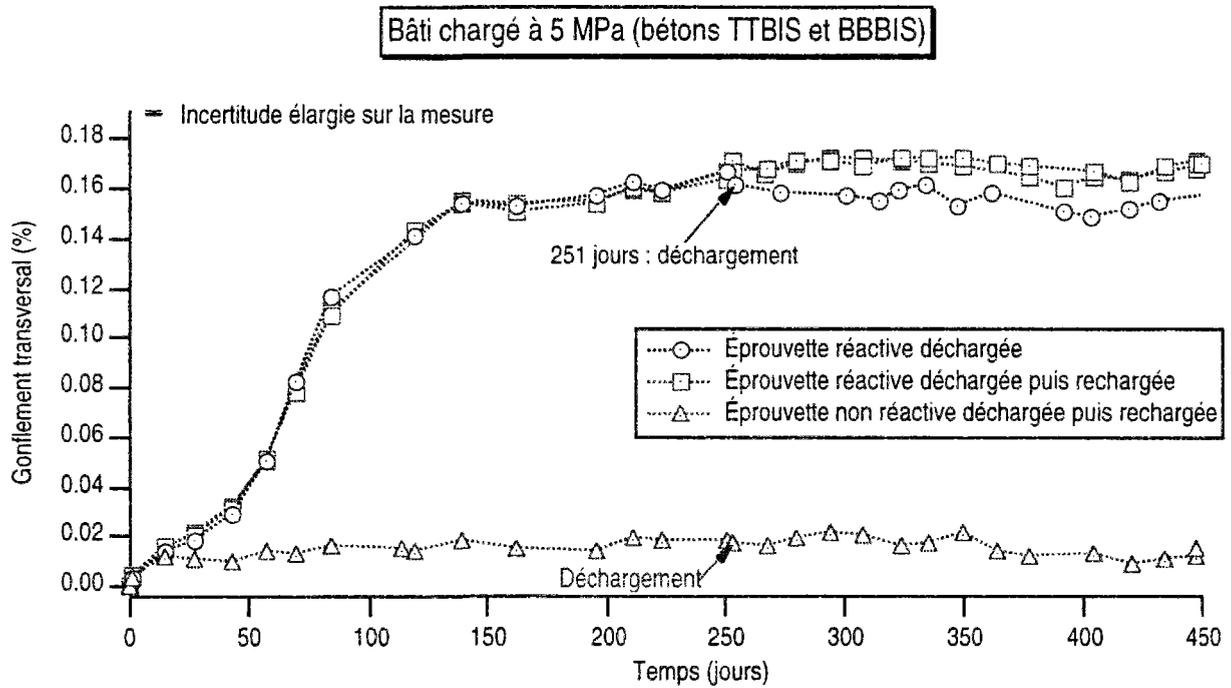


Fig. IX. 2 : Gonflement transversal lors du rechargement d'éprouvettes sous contrainte uniaxiale de 5 MPa

Sur le graphe IX. 2, on retrouve exactement le résultat précédent, mais cette fois-ci pour le gonflement transversal. On remarque également la très bonne répétabilité des mesures. Cette dernière est améliorée par le fait que les éprouvettes chargées proviennent d'une même gâchée et ont bien sûr été conservées exactement dans les mêmes conditions d'humidité, puisqu'elles étaient dans un même bâti.

- Pour les essais sous 10 MPa, le remplacement d'une éprouvette ne pose pas plus de difficultés, comme le montrent les deux graphes suivants.

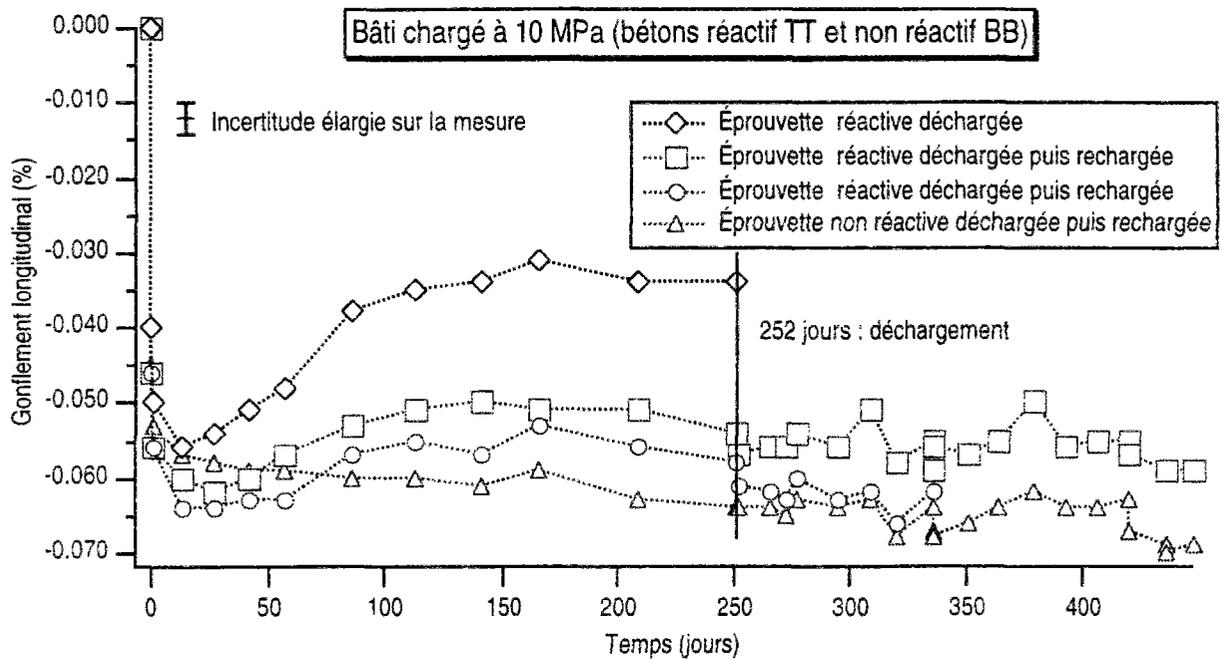


Fig. IX. 3 : Gonflement longitudinal lors du rechargement d'éprouvettes sous contrainte uniaxiale de 10 MPa

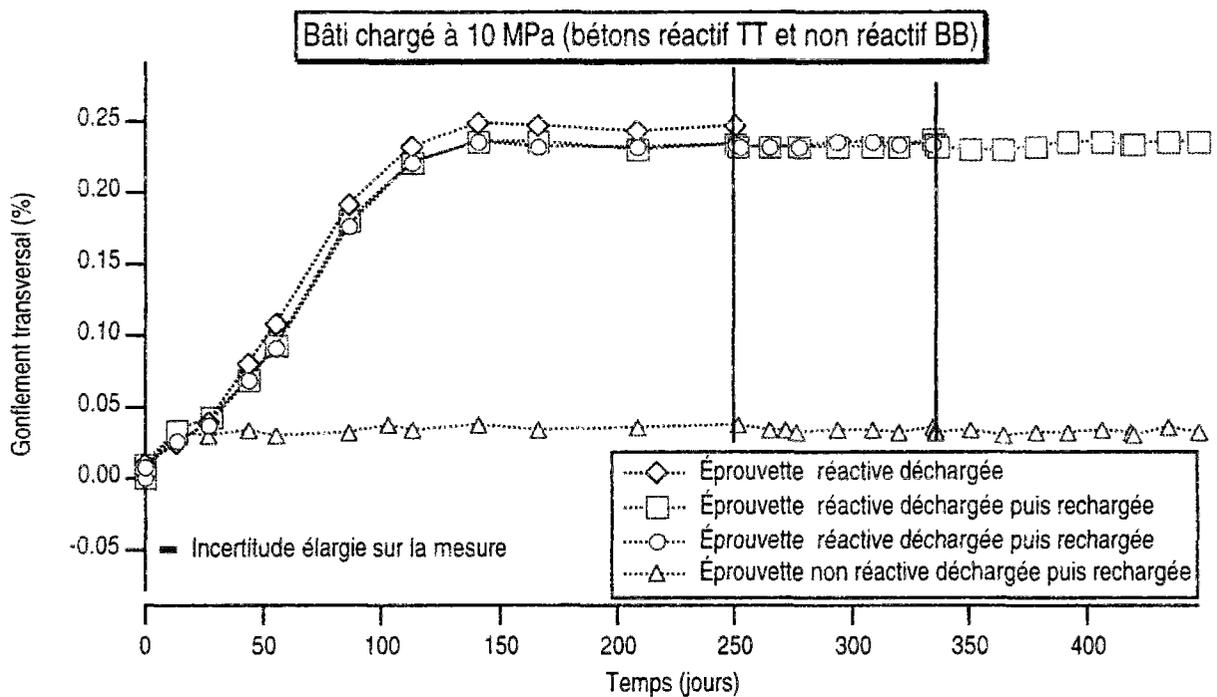


Fig. IX. 4 : Gonflement transversal lors du rechargement d'éprouvettes sous contrainte uniaxiale de 10 MPa

- Pour les essais sous 20 MPa, nous n'avons pas pu effectuer de roulement des éprouvettes, car sous une contrainte aussi forte, le recouvrement des deux parties métalliques entourant la membrane caoutchoutée s'est avéré insuffisant. Cette dernière s'est alors extrudée, empêchant tout retour dans sa position initiale en cas de déchargement.

II. Gonflement longitudinal

Les bâtis de fluage étant conservés en enceinte humide, le fluage de dessiccation est évité. Au contraire, le fluage propre est maximal car l'hygrométrie interne des éprouvettes est voisine de 100% et la température de l'essai est élevée (38°C) [Neville et al. 1983].

La durée de la cure de toutes les éprouvettes a été fixée à quinze jours de façon à éviter les chargements au jeune âge qui augmentent beaucoup les déformations de fluage. Nous avons vérifié que, pendant ces quinze jours, l'alcali-réaction ne provoquait pas encore de gonflement.

À l'intérieur de chaque bâti, nous avons placé trois éprouvettes réactives et une éprouvette non réactive. Les éprouvettes non réactives sont identiques aux éprouvettes réactives (en particulier en ce qui concerne l'ajout de potasse à l'eau de gâchage), seul les granulats sont différents. Toutefois, les deux types de granulats sont des calcaires de caractéristiques mécaniques très voisines. Ce choix de granulats devrait permettre au comportement en fluage des bétons réactifs et non réactifs d'être semblable.

Nous allons tout d'abord vérifier ce résultat sur le graphe suivant, qui montre les déformations longitudinales des éprouvettes sous un chargement uniaxial de 20 MPa.

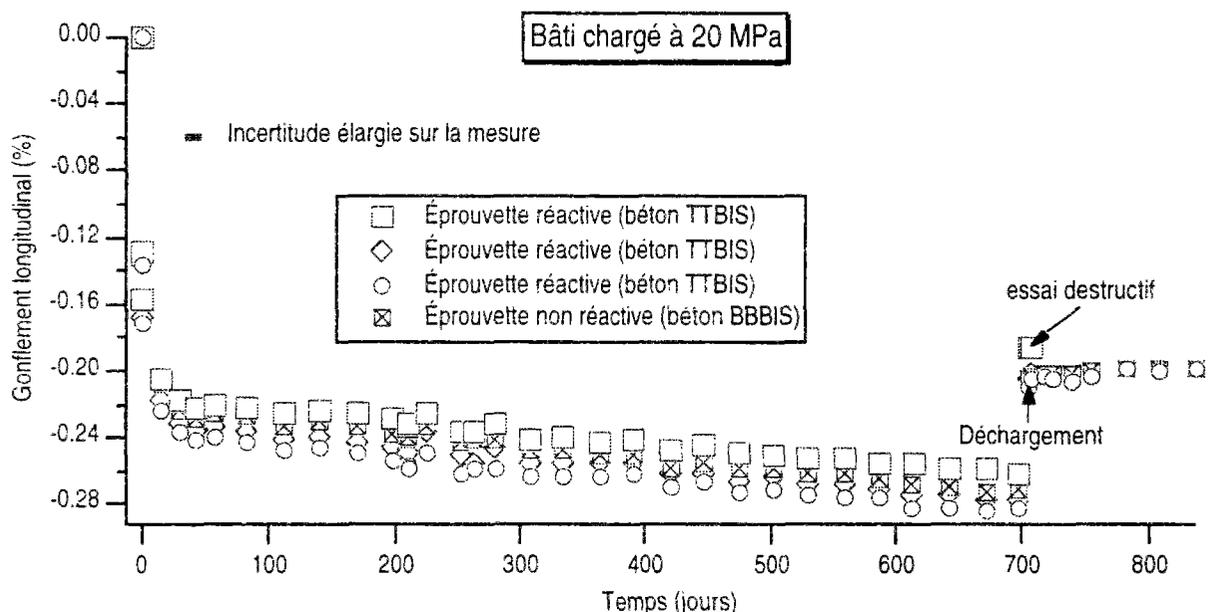


Fig. IX. 5 : Gonflement longitudinal d'éprouvettes sous contrainte uniaxiale de 20 MPa

Le graphe IX. 5 montre que, sous une contrainte de 20 MPa, les gonflements longitudinaux causés par l'alcali-réaction ne se manifestent pas et que **le fluage n'est pas modifié par l'alcali-réaction**. On constate également sur ce même graphe que la dispersion des résultats est faible (moins de 10% d'écart entre les

éprouvettes extrêmes, ce qui correspond, en absolu à un écart de 0,022% soit 220 $\mu\text{m/m}$). L'écart entre les différentes courbes est quasi constant, alors qu'en gonflement libre, la largeur du fuseau augmente en même temps que l'expansion.

Ainsi, aussi bien pour le comportement instantané que pour le comportement différé, les éprouvettes non réactives peuvent être considérées comme des témoins du comportement "hors alcali-réaction" de nos bétons. Nous ne trouvons pas d'augmentation du fluage consécutive à une alcali-réaction, comme cela est parfois mentionné dans la littérature [Kobayashi et al. 1988], [Blight et al. 1983], [Blight & Alexander. 1985]. Cela peut provenir – au moins pour la première référence – des précautions que nous avons prises, en particulier en ce qui concerne la valeur de la teneur en alcalins, pour que notre béton témoin non réactif ait les mêmes caractéristiques mécaniques que le béton réactif. De plus, dans les deux dernières références, les résultats ont été obtenus sur des carottes, dont l'état de contrainte a été totalement perturbé par l'extraction...

Dorénavant, afin de pouvoir comparer les résultats obtenus pour différents niveaux de contraintes, nous soustrairons les déformations des éprouvettes témoins (non réactives) à celles des éprouvettes réactives. Pour les différents niveaux de chargement, nous avons mesuré les gonflements longitudinaux représentés sur le graphe suivant.

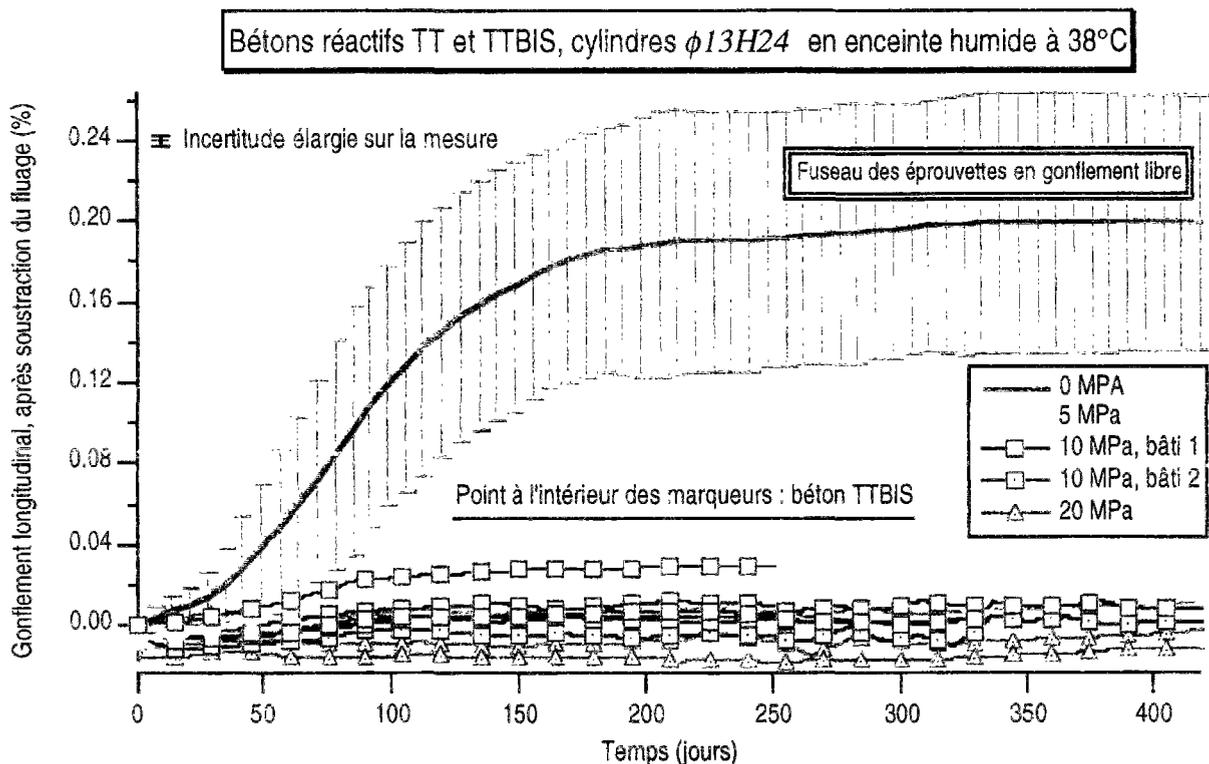


Fig. IX. 6 : Déformations longitudinales, corrigées du fluage, en gonflement libre et sous contrainte

On constate sur le graphe IX. 6 que, longitudinalement, c'est-à-dire dans la direction de la contrainte appliquée, le gonflement est très fortement réduit. Totalement inexistant sous 20 MPa, il plafonne à 0,03% sous 5 et 10 MPa. Ces valeurs sont à comparer à celle du gonflement libre dans les mêmes enceintes humides, soit en moyenne 0,2%.

III. Gonflement transversal

Les résultats précédents, sur les déformations longitudinales des éprouvettes réactives sous contraintes uniaxiales, pourraient laisser supposer que l'application d'une contrainte est un moyen satisfaisant de lutte contre le gonflement des bétons victimes d'alcali-réaction.

L'état de fissuration des éprouvettes suffit à prouver que la question n'est pas si simple. En effet, les fissures sont nettement visibles, plus ouvertes que sur les éprouvettes en gonflement libre (de l'ordre de 2 à 3 dixièmes de millimètre contre 0,5 à 1 dixième en gonflement libre). Toutes sont orientées suivant la direction de la contrainte principale (voir annexe 4 : FISSURATION). C'est un résultat tout à fait logique, que l'on retrouve sur les ouvrages en béton précontraint atteints d'alcali-réaction.

Les mesures des déformations transversales vont nous permettre de quantifier dans quelle mesure les déformations empêchées dans le sens longitudinal se reportent dans le sens transversal. Comme précédemment, nous présentons des déformations corrigées de l'effet du fluage. La première mesure a été faite 24h après le chargement car, la mesure de chacune des éprouvettes durant plus d'un quart d'heure, il était préférable d'éviter de réaliser les "points zéro" immédiatement après le chargement, période durant laquelle les déformations varient rapidement.

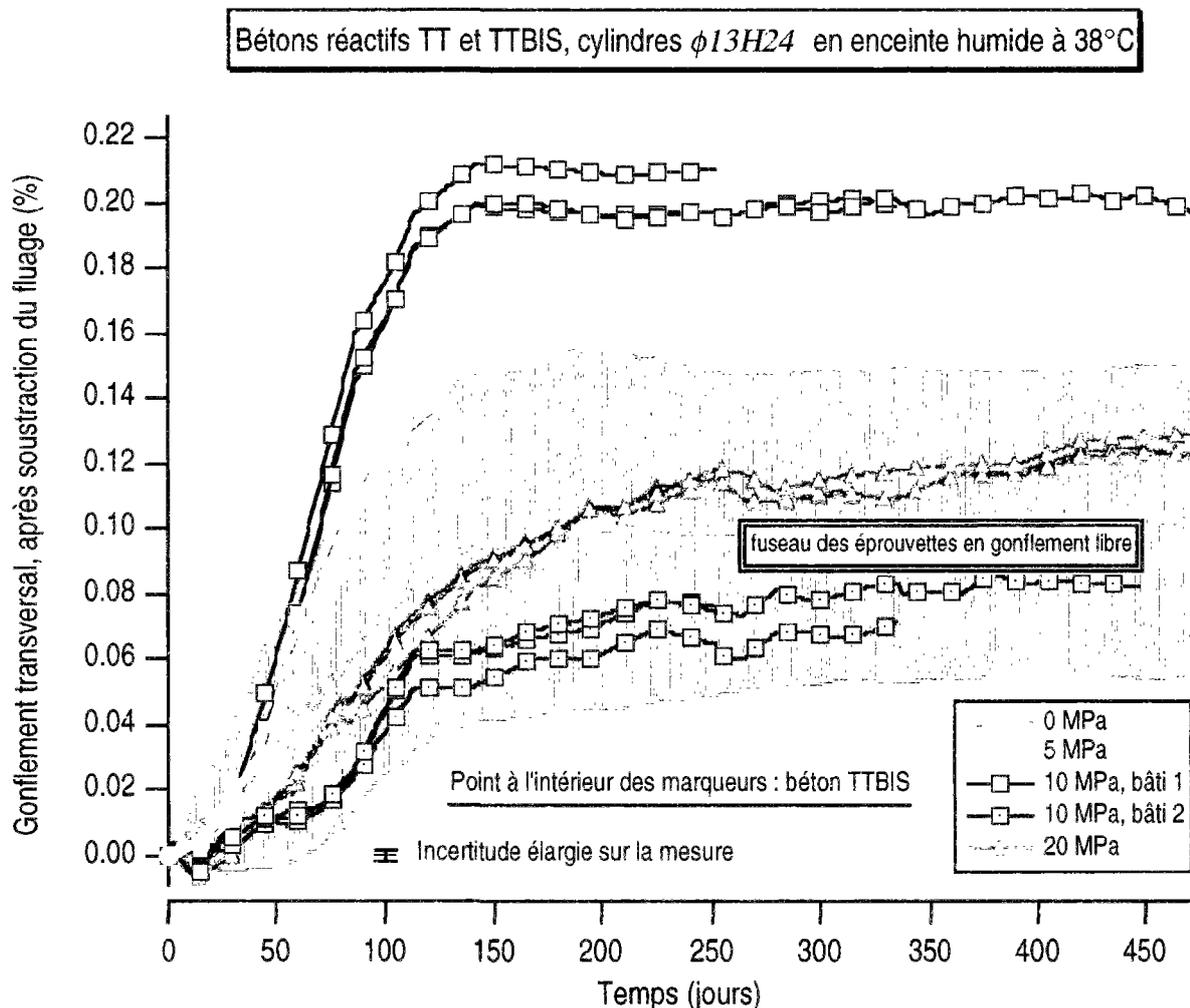


Fig. IX. 7. : Déformations transversales, corrigées du fluage, en gonflement libre et sous contrainte

Le graphe IX. 7 appelle plusieurs commentaires :

- Sous 20 MPa (marqueurs triangulaires), la dispersion des résultats est faible. Nous avons déjà mentionné ce fait, dû à l'identité des gâchées et des conditions de conservation.
- Sous 5 MPa (marqueurs ronds), la dispersion est plus importante car les trois éprouvettes dont les déformations transversales sont les plus fortes n'ont pas été coulées et chargées, donc conservées, en même temps que les trois autres. Les résultats demeurent tout de même relativement voisins, par comparaison à la largeur du fuseau des éprouvettes en gonflement libre. Cela corrobore les observations de Jones et Clark, selon qui la dispersion des résultats diminue quand la contrainte appliquée augmente [*Jones & Clark. 1996*].
- Sous 10 MPa (marqueurs carrés), des essais ont été menés dans deux bâtis distincts. L'écart entre les deux séries d'éprouvettes est considérable : le gonflement moyen est de 0,21% pour le bâti 1 et de 0,07% seulement pour le bâti 2, sensé être identique (soit un rapport de 3).
- En gonflement libre, les bornes statistiques des gonflements transversaux sont de 0,055% pour le minimum et 0,15% pour le maximum, c'est-à-dire dans un rapport de 2,7. Or, ces valeurs statistiques n'intègrent pas certaines éprouvettes totalement hors gamme, suite à des problèmes de prises de poids.
- Le suivi du poids des éprouvettes dans les bâtis de fluage est impossible. Toutefois, nous disposons des pesées avant et après chargement. Cela suffit pour détecter d'importantes anomalies.

Il s'avère que les éprouvettes du bâti sous 10 MPa dont les déformations sont plus faibles ont eu une prise de poids anormalement faible (environ 10 g contre 60 à 80 g dans les autres bâtis, soit 0,1% contre 0,8 à 1%).

Au contraire, Les éprouvettes des trois autres bâtis ont des prises de poids comparables aux éprouvettes en gonflement libre situées dans la partie supérieure du fuseau de prise de poids.

L'écart entre les résultats des bâtis 1 et 2, à 10 MPa, provient donc d'une différence importante de variations de poids des éprouvettes. Dans l'étude comparée des gonflements libres et sous contrainte, nous ne tiendrons pas compte des éprouvettes du bâti n°2 à 10 MPa.

- Le gonflement transversal sous 5 MPa est supérieur aux valeurs obtenues en gonflement libre ; sous 10 MPa, il est encore plus grand ; par contre, sous 20 MPa, il lui est à peine supérieur. Cette valeur de 20 MPa à 15 jours représente un chargement d'environ 50% de la résistance en compression de nos éprouvettes. Elles sont donc nettement microfissurées [*Guédon. 1993*]. La présence de cette microfissuration permet de loger une quantité importante de produit de réaction sans que ces produits n'engendrent une déformation du matériau⁴. Sous 10 MPa, la microfissuration d'origine mécanique est beaucoup moins importante. Le gonflement reste important et, étant gêné dans le sens longitudinal, il se reporte dans le sens transversal.

⁴ Voir paragraphe VI de ce chapitre, APPORTS DES ESSAIS DESTRUCTIFS.

IV. Gonflement volumique

Intéressons-nous maintenant aux valeurs du gonflement volumique des éprouvettes. Cela permettra une meilleure comparaison entre le comportement des éprouvettes sous contrainte et en gonflement libre.

Pour calculer ce gonflement volumique, nous supposons que la déformée des éprouvettes cylindriques reste cylindrique⁵ et nous appliquons, en première approximation, la formule : $\frac{\Delta V}{V} = \frac{\Delta L}{L} + 2\frac{\Delta D}{D}$ où V représente le volume de l'éprouvette, L sa longueur et D son diamètre.

En considérant les valeurs moyennes des gonflements longitudinaux et transversaux, nous obtenons les résultats suivants :

	0 MPa	5 MPa	10 MPa	20 MPa
gonflement longitudinal moyen	0,199	0,023	0,014	-0,003
gonflement transversal moyen	0,102	0,153	0,208	0,125
gonflement volumique moyen	0,403	0,329	0,430	0,247

Tableau IX. 3 : Comparaison des déformations en gonflement libre et sous contrainte uniaxiale

Le gonflement volumique des éprouvettes sous contrainte uniaxiale de 5 et 10 MPa est comparable à celui des éprouvettes en gonflement libre⁶. Les déformations bloquées dans la direction des contraintes se reportent dans les autres directions, de façon à ce que le gonflement volumique total soit inchangé.

Le gonflement volumique moyen des éprouvettes sous 20 MPa est significativement inférieur à celui des éprouvettes en gonflement libre, d'autant plus qu'elles font partie de celles qui ont pris une quantité d'eau élevée. Cette faible valeur est vraisemblablement une conséquence de l'application de la contrainte (suite à la microfissuration d'origine mécanique, qui rend une partie des produits formés par l'alcali-réaction "inoffensifs"). Cet effet ne se manifeste que pour des chargements supérieurs à 10 MPa. De tels niveaux de contrainte ne sont pas envisageables pour des réparations par précontrainte additionnelle.

L'observation précédente en rejoint une autre, sur le lien entre les observations par microscopie électronique à balayage et les mesures de déformations : le gonflement est quasiment stabilisé après environ six mois de conservation en enceinte humide à 38°C alors qu'après ces six premiers mois, on observe une quantité toujours croissante de produits de réaction. On peut donc penser que la fissuration induite par les gonflements permet de "loger" de nouveaux produits de réaction, qui ne se forment plus forcément à l'interface pâte-granulat car toute la portlandite de cette zone a été consommée.

⁵ Point par point, cela est bien sûr faux (voir chapitre IV, dispersion des résultats), mais globalement l'approximation est suffisante pour comparer les ordres de grandeur des déformations dans les différentes conditions d'essais.

⁶ En considérant les valeurs statistiques extrêmes des déformation en gonflement libre, la fourchette des déformations volumiques correspondantes s'étend de 0,23% à 0,56%.

V. Comportement après déchargement

1. Gonflement longitudinal

Après déchargement, certaines éprouvettes ont été soumises à des essais destructifs, d'autres ont été conservées et mesurées en gonflement libre. Ceci permet de voir comment se poursuit le gonflement, après avoir été modifié par l'application d'une contrainte.

Intéressons-nous tout d'abord au gonflement longitudinal. Sur le graphe suivant, on compare les gonflements longitudinaux après déchargement à ceux obtenus avec les éprouvettes conservées en permanence en gonflement libre. Pour cela, nous avons effectué un décalage d'ordonnées pour ramener sur la courbe moyenne de gonflement libre la déformation après déchargement (aux échéances correspondant aux flèches indiquées sur le graphe).

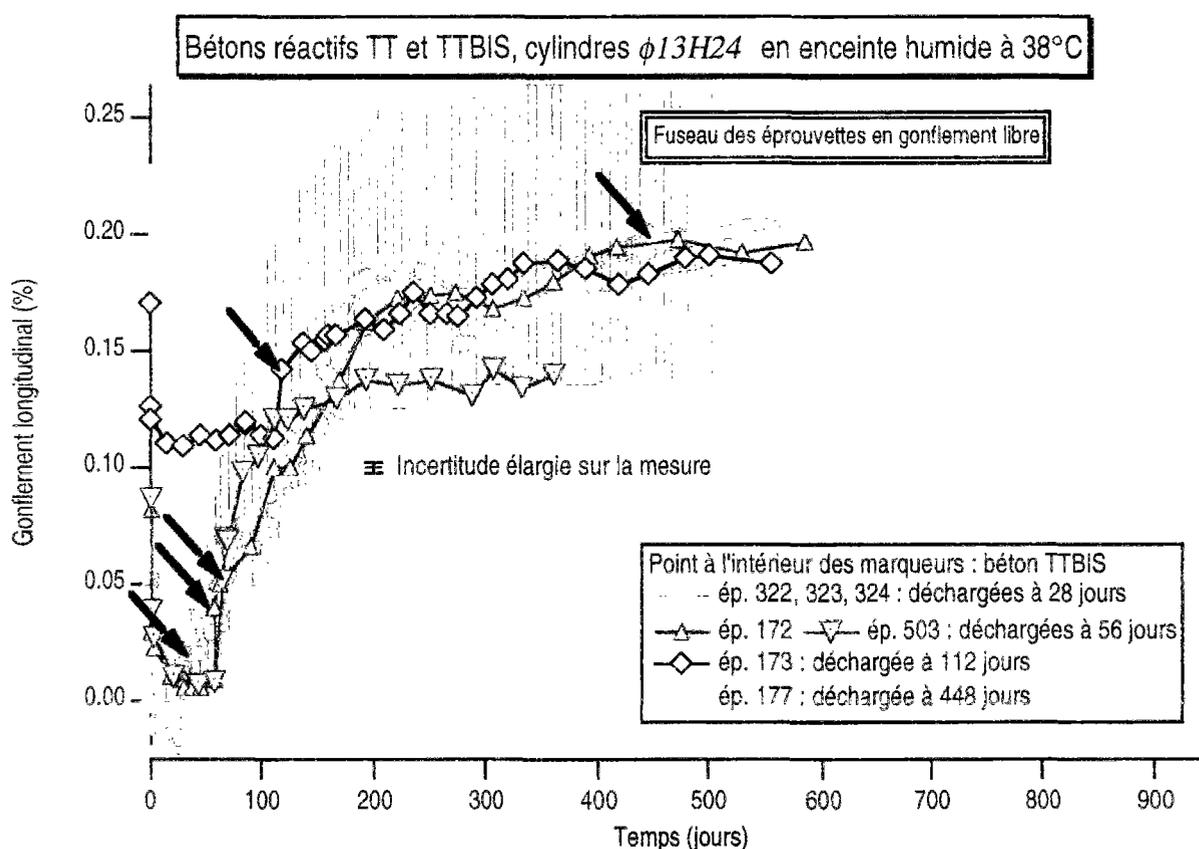


Fig. IX. 8 : Gonflement longitudinal après décharge

Le graphe IX. 8 montre que, une fois la charge enlevée, si l'on replace le gonflement d'une éprouvette sur la moyenne des gonflements libres, les déformations se poursuivent comme si celle-ci n'avait jamais été chargée.

Ainsi, le potentiel de gonflement s'étant déjà manifesté transversalement, le gonflement longitudinal ne redémarre pas lorsqu'on décharge une éprouvette âgée de 448 jours (marqueurs carrés, ép. 177). Remarquons que ceci montre également que les déformations dues à la recouvrance sont négligeables par rapport à celles provoquées par l'alcali-réaction.

Par contre, lorsque la décharge est effectuée à un âge moins avancé, le gonflement longitudinal apparaît et atteint une valeur semblable à celles des éprouvettes en gonflement libre.

Le gonflement irrégulier des éprouvettes 322, 323 et 324 (marqueurs ronds) ne doit pas être considéré comme surprenant. L'explication de ces irrégularités se trouve clairement dans les variations de poids de ces éprouvettes, comme le montre le graphe suivant.

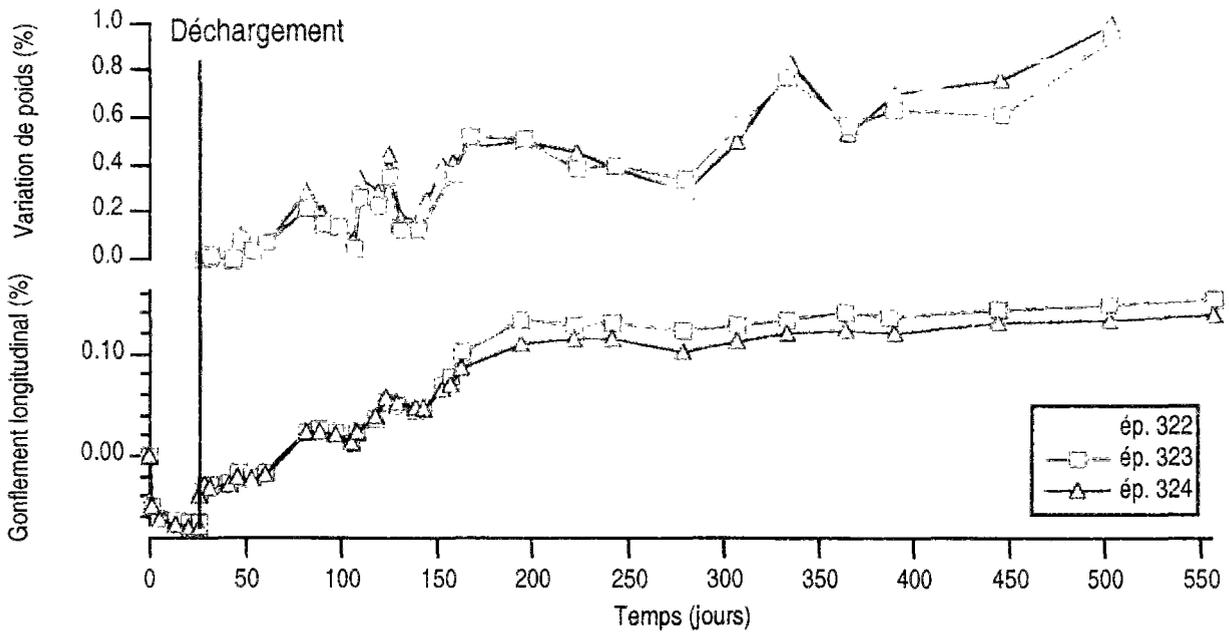


Fig. IX. 9 : Irrégularités des courbes de gonflements suite à des problèmes de prise de poids

Effectuons ci-dessous un "lissage" des courbes de gonflement des éprouvettes 322 à 324.

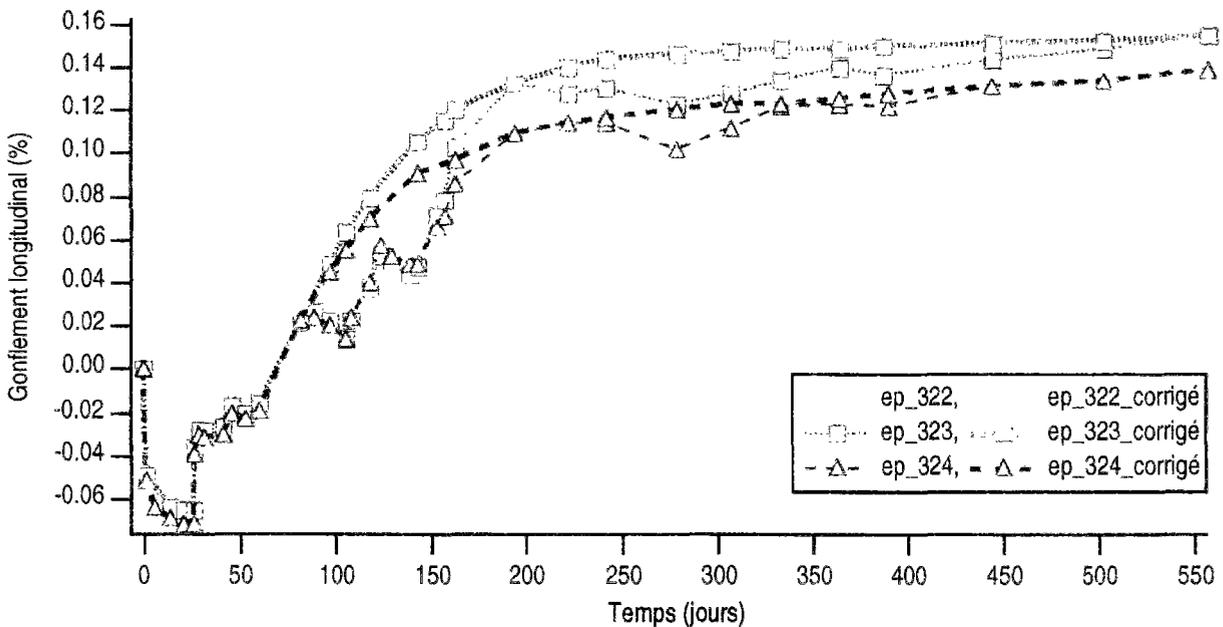


Fig. IX. 10 : Lissage des courbes de gonflement des éprouvettes 322 à 324

En remplaçant les résultats bruts de ces éprouvettes sur le graphe IX. 8, il apparaît encore plus clairement sur le graphe IX. 11 que, après déchargement, les éprouvettes suivent une évolution tout à fait analogue à celle qu'elles auraient vraisemblablement eu si elles n'avaient jamais été chargées.

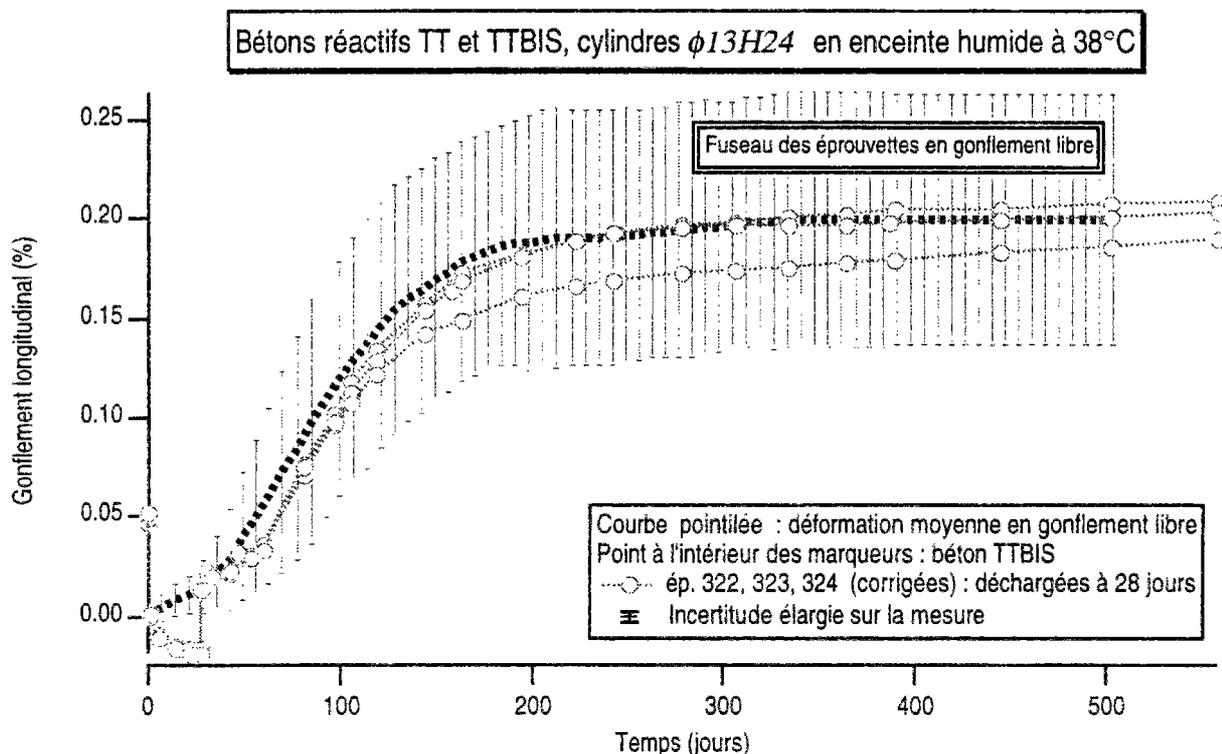


Fig. IX. 11 : Poursuite des déformations longitudinales après déchargement

Ce comportement des éprouvettes confirme les observations faites par Godart et Le Roux, sur des carottes extraites d'un ouvrage malade : après allègement de la charge de la carotte conservée sous 5 MPa jusqu'à une valeur de 1 MPa, cette dernière s'est mise à gonfler jusqu'à atteindre des valeurs proches de celles mesurées sur la carotte initialement chargée à 1 MPa [Godart & Le Roux. 1995].

2. Gonflement transversal

Comme pour le gonflement longitudinal, observons sur le graphe suivant le gonflement transversal des éprouvettes après déchargement. Pour une meilleure lisibilité du graphe, nous n'avons pas représenté les déformations sous contrainte avant le déchargement.

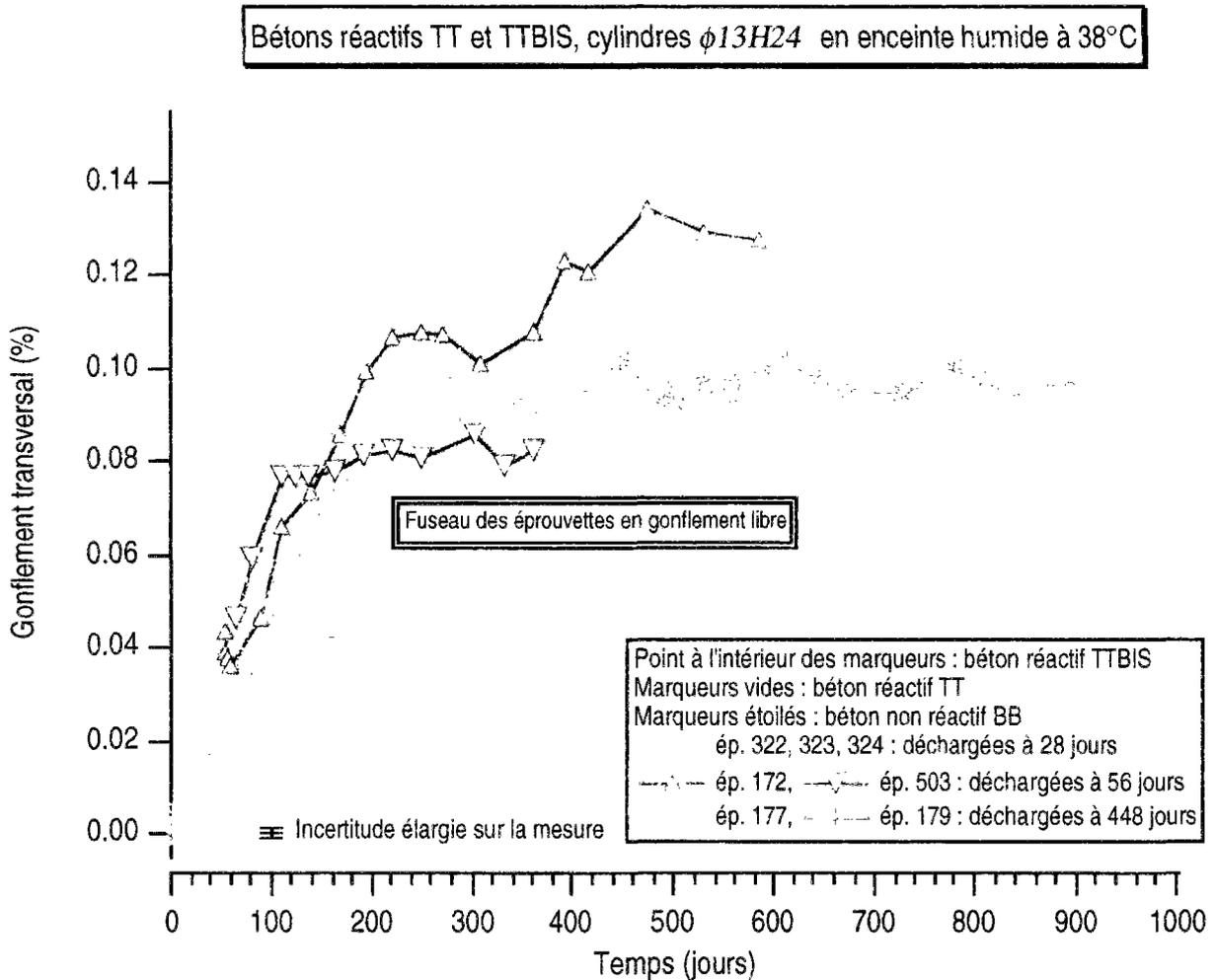


Fig. IX. 12 : Gonflement transversal après décharge

Le graphe IX. 12 montre que, pour des raisons mécaniques indépendantes de l'alcali-réaction, le diamètre diminue très légèrement lors de la décharge (d'environ 0,005 à 0,008%). En effet, on trouve le même phénomène pour l'éprouvette 179, non réactive, que pour l'éprouvette 177, réactive (marqueurs étoilés et carrés, respectivement), toutes deux déchargées après 448 jours.

Lorsqu'une éprouvette réactive est déchargée avant la fin de la réaction, son gonflement diamétral reprend le cours de celui d'une éprouvette en gonflement libre de même caractéristique, dès l'instant où le gonflement d'origine chimique devient prépondérant par rapport au léger dégonflement d'origine mécanique (après environ 1 mois pour les éprouvettes 322 à 324 représentées par des marqueurs ronds).

VI. Apports des essais destructifs

Après décharge, quelques éprouvettes ont été soumises à des essais destructifs. Trois ont été observées par microscopie électronique à balayage puis traitées par analyse minéralogique. Trois autres ont subi des essais mécaniques en compression : mesure de module et de résistance en compression.

1. Microscopie électronique à balayage

Les observations par microscopie électronique à balayage confirment l'idée d'un endommagement d'origine mécanique susceptible de modifier les conséquences macroscopiques de l'alcali-réaction. En effet, l'apparition de produits de réaction sur les fractures de granulats est plus fréquente et plus précoce pour les éprouvettes maintenues sous un chargement de 10 MPa que pour celles conservées en gonflement libre.

De plus, les fractures de granulats sont tapissées en quasi totalité de produits de réaction (à 9 mois, sous forme de précipités et de gels recouverts de quelques rares cristallisations, puis, à partir de 12 mois, sous forme de divers produits cristallisés). L'attaque des granulats est donc plus importante que dans les éprouvettes en gonflement libre, dans lesquelles, même à 24 mois, les fractures ne sont pas complètement recouvertes de produits. Cela pourrait provenir d'une plus grande facilité de pénétration des agents agressifs dans les granulats, suite à la microfissuration d'origine mécanique.

Par ailleurs, la fréquence d'apparition des produits de réaction ne diminue pas, même sous un chargement de 20 MPa.

2. Analyse minéralogique

Les résultats obtenus par analyse minéralogique ont déjà été évoqués (voir annexe 5 : RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES). Rappelons seulement que ces éprouvettes font partie de celles pour lesquelles l'excès de silice mis en évidence est le plus important. L'alcali-réaction n'a donc pas été entravée par l'application d'une contrainte uniaxiale de 10 MPa.

3. Essais mécaniques

Les résultats de ces essais ont été présentés dans le chapitre IV pages 95 et 98). Ils montrent qu'après 6, 9 et 12 mois d'essai sous 10 MPa, il n'y a pas eu de chute de résistance et que la chute de module d'Young est inférieure à celle des éprouvettes en gonflement libre.

C. CONCLUSIONS SUR L'EFFET DES CONTRAINTES

Nous déduisons de l'ensemble des résultats précédents que, dans le cas d'un chargement uniaxial, il n'y a pas de couplage entre la réaction chimique et la contrainte appliquée. Le gonflement ne pouvant se manifester dans la direction de la contrainte appliquée est compensé par un gonflement plus grand dans le sens non contraint.

Cette compensation n'est pas totale pour des niveaux de chargement élevés (20 MPa). Ceci peut être imputé à une microfissuration d'origine mécanique, qui diminue la quantité de produits de réactions produisant un gonflement (par "effet de porosité"), mais non à un moindre développement de l'alcali-réaction.

Dans l'optique d'une modélisation complète de l'alcali-réaction, nous retiendrons la notion de découplage entre la réaction chimique et les contraintes.

CONCLUSIONS

Revenons tout d'abord sur la genèse de cette recherche : elle est née de la multiplication du nombre d'ouvrages d'Art atteints d'alcali-réaction, en particulier dans le domaine des ponts où environ deux cents d'entre eux sont recensés au rang des "victimes"...

La gravité de leur état étant très variable, le désir d'un outil de modélisation a émergé, comme aide à la prévision de leur évolution, avec l'incidence que cela peut entraîner quant à leur gestion. Notre travail a été orienté par les réponses apportées à deux interrogations préalables.

À quelles questions doit répondre un modèle ?

Nous avons situé l'enjeu d'un modèle à l'échelle des ouvrages de génie civil et limité ses objectifs aux deux points suivants :

- la prévision de l'ordre de grandeur de la vitesse d'évolution,
- l'estimation de l'état à long terme d'une structure atteinte par l'alcali-réaction.

Nous ne recherchons pas une description fine de l'évolution de la fissuration.

Avant de pouvoir accéder à cette échelle "mégascopique" qui constitue notre objectif ultime, il faut connaître la loi de comportement du matériau, et donc travailler à l'échelle macroscopique de l'éprouvette de béton. Aussi avons-nous axé toute notre recherche sur la détermination des principaux facteurs régissant le développement de l'alcali-réaction.

Que doit prendre en compte un modèle, et comment ?

Faut-il travailler à l'échelle microscopique : chercher à décrire l'ensemble des phénomènes physicochimiques, complexes et imparfaitement connus, qui constituent l'alcali-réaction, ou bien identifier la réaction limitante qui imposerait sa cinétique à l'ensemble du processus ?

Notre parti pris a consisté à nous placer d'emblée à l'échelle macroscopique, en essayant toutefois d'identifier de notre mieux les phénomènes importants à l'échelle microscopique afin d'en retenir les aspects capables d'éclairer la modélisation macroscopique.

Pour cela, nous avons suivi une démarche de type "milieux continus", visant à déterminer une loi de comportement qui rendrait compte des spécificités de l'alcali-réaction. Aussi nous sommes-nous tournés vers la mécanique des milieux poreux et, plus précisément, vers ses derniers développements concernant les milieux réactifs [Coussy, 1995].

Cela a permis de soulever de nombreuses questions, car si cette discipline offre des perspectives très riches de modélisation pour de nombreux phénomènes physico-chimiques, elle requiert au préalable une connaissance approfondie des mécanismes réactionnels et de leurs effets macroscopiques :

- Les réactions chimiques en jeu sont-elles couplées à l'état de contrainte du matériau ?
- Peut-on quantifier l'avancement de l'alcali-réaction au sein du béton ?
- L'eau intervient-elle comme réactif ou comme milieu réactionnel ?
- À quelles échelles les phénomènes de diffusion sont-ils importants ?
- Le gonflement est-il d'origine osmotique ?
- Est-il isotrope ?
- La température élevée des essais accélérés ne dénature-t-elle pas le phénomène ?
- Faut-il prendre en compte l'évolution des propriétés mécaniques du matériau, si oui comment ?

Force est de reconnaître que, malgré les connaissances livresques que nous avons pu acquérir, et malgré l'enrichissement apporté par l'organisation de la recherche au LCPC en thème regroupant de nombreux chercheurs, les difficultés rencontrées pour apporter des réponses à toutes ces interrogations étaient telles que nous avons considéré comme un **point de passage obligé**, une **étude expérimentale approfondie**.

L'heure est maintenant au bilan, que l'on peut aborder sous différents aspects :

- 1) le savoir-faire expérimental,
- 2) la compréhension des phénomènes physico-chimiques,
- 3) leur modélisation et les perspectives d'application aux ouvrages.

1) Savoir-faire expérimental

La mise au point des moyens de conservation et de mesure des quelques six cents éprouvettes de ce programme d'essais a duré près de trois ans, que nous avons mis à profit pour réaliser en parallèle :

- une étude préliminaire sur la quantification de l'avancement de l'alcali-réaction par analyse minéralogique,
- la fabrication de produits d'alcali-réaction "naturels"¹ en quantité suffisante, en vue de leur prélèvement pour une étude "in vitro",
- la réalisation ou la modification des infrastructures nécessaires aux essais,
- la formation d'une équipe de travail pouvant faire face au plan de charge.

Vu les résultats encourageants des premières analyses minéralogiques sur mortiers, nous avons basé notre programme expérimental sur le **suivi en parallèle des évolutions macroscopiques** (déformations longitudinales et transversales, fissuration, poids, caractéristiques mécaniques) **et microscopiques** (avancement de l'alcali-réaction, microstructure et localisation des produits formés) **d'éprouvettes en gonflement libre et sous contrainte uniaxiale**.

La recherche de méthodes de mesures dimensionnelles a été orientée par une double contrainte :

- pouvoir travailler en gonflement libre mais aussi en bâti de fluage, sur des éprouvettes impossibles à déplacer,
- réaliser les mesures à 38°C, et donc souhaiter une automatisation maximale.

Elle a débouché sur le suivi, en parallèle, des déformations longitudinales internes et externes, grâce à l'utilisation de capteurs noyés, sans toutefois aboutir à une automatisation complète de toutes les mesures.

Des capteurs sans raideur (à corde vibrante) ont été développés spécifiquement pour cette application, afin de pouvoir mesurer le gonflement libre au sein des éprouvettes sans s'opposer à leur déformation.

Une étude de ces "témoins sonores" a justifié l'utilisation d'un coefficient extensométrique moyen, tout en obtenant une incertitude-type sur la mesure inférieure à 17 $\mu\text{m}/\text{m}$. Ceci a pu être obtenu après définition d'un lot homogène de capteurs, suite à la détermination du coefficient extensométrique de chacun d'entre eux.

Des mesures manuelles et semi-automatiques ont permis, respectivement, la mesure du gonflement longitudinal externe et du gonflement transversal. Toutes les acquisitions ont été automatisées, facilitant considérablement le traitement des dizaines de milliers de mesures qui constituent notre base de données. La précision de chaque type de mesure a été étudiée en détail.

¹ par opposition aux gels de synthèse

Le système original de suivi des déformations transversales, mis au point au cours de ce travail, autorise le suivi simultané de l'évolution de trente diamètres d'une même éprouvette et est utilisable aussi bien pour les éprouvettes en gonflement libre que pour les éprouvettes sous contrainte uniaxiale. Cette performance unique, à notre connaissance, a été particulièrement précieuse pour la mise en évidence de l'anisotropie et de l'hétérogénéité intrinsèque du gonflement libre, ainsi que lors de l'étude du comportement d'éprouvettes réactives et non réactives sous contrainte uniaxiale.

Ces essais sous contrainte ont nécessité la modification des bâtis de fluage classiques du LCPC, tant en ce qui concerne le matériel que le mode opératoire. En effet, pour multiplier le nombre d'échantillons, nous avons conservé quatre éprouvettes dans un même bâti. Nous avons montré que leur comportement était identique et que nous pouvions en prélever une et la remplacer par une autre sans affecter le cours de la "vie" de celles restant en place.

Pour maintenir les bâtis de fluage en atmosphère chaude et humide (38°C, humidité saturée), une salle de travail a été climatisée à cette température et nous avons conçu des enceintes de conservation spéciales, en nous attachant à éviter au maximum le ruissellement d'eau sur les éprouvettes, car celui-ci est réputé diminuer considérablement le gonflement.

À l'usage, l'utilisation comparée de plusieurs moyens de conservation a montré que le ruissellement ne s'opposait pas, bien au contraire, au gonflement d'éprouvettes de taille et de compacité suffisante. La comparaison des déformations en fonction des conditions de stockage, ainsi que l'enseignement tiré des imprévus survenus (comme dans toute expérimentation), se sont révélés particulièrement fructueux pour une meilleure compréhension des phénomènes physico-chimiques.

2) Compréhension des phénomènes physico-chimiques

Nous avons cherché à comprendre les principaux phénomènes régissant l'alcali-réaction en confrontant les résultats obtenus aux échelles microscopiques et macroscopiques.

Ce programme expérimental a ainsi permis de tester le caractère quantitatif des méthodes de mise en évidence de l'alcali-réaction par fluorescence des ions uranyle et par analyse minéralogique. Si aucune de ces deux méthodes n'est suffisante, leur convergence, associée à de nombreuses observations par microscopie électronique à balayage, a permis de confirmer des analyses découlant des observations macroscopiques, à savoir :

- **l'absence de couplage de la mécanique vers les processus chimiques constituant l'alcali-réaction,**
- **la formation, en moindre quantité mais de façon potentiellement nuisible pour les ouvrages, de produits de réaction à partir de l'eau de gâchage non utilisée par l'hydratation.**

Les confrontations “micro - macro” et ‘in vitro - in vivo” ont également abouti à plusieurs autres résultats :

- **le gonflement se stabilise alors même que l’alcali-réaction se poursuit, à cause de l’augmentation du volume poreux.**

Ceci explique d’une part que, pour des contraintes de 20 MPa, la microfissuration d’origine mécanique modifie le comportement macroscopique du béton, d’autre part que les effets macroscopiques de l’alcali-réaction soient parfois modérés par rapport aux quantités importantes de produits de réaction alors qu’inversement, en fonction de leur localisation, de plus faibles quantités peuvent conduire à des désordres plus importants.

- **L’évolution des produits de réaction vers des formes organisées ou cristallisées n’engendre pas de nouvelles déformations au sein du béton.**
- **La cinétique de dégradation du matériau est gouvernée par les phénomènes de transport, aux deux échelles microscopique et macroscopique.**

Nous avons montré que **la migration d’eau n’est pas modifiée par l’alcali-réaction**. Ce résultat, associé à la réponse dimensionnelle d’éprouvettes soumises à des variations d’apports d’eau extérieurs, a permis de mettre en évidence la concomitance des déformations et de la formation des produits de réaction, ainsi que **l’absence de gonflement “a posteriori”**, ce qui remet en question un certain nombre d’explications basées sur des notions dérivées de l’osmose.

Par ailleurs, pour nos gravillons calcaires, **une diminution de la température a un effet retardateur particulièrement sensible sur le démarrage des courbes de gonflement, mais ne modifie pas leur gonflement asymptotique.**

L’origine de **l’anisotropie du gonflement libre** a été clairement identifiée. Elle est liée à l’augmentation locale de la teneur en eau sous les granulats, lors de la mise en place du béton. Ceci entraîne, même pour un béton “sain”, une moindre résistance en traction des plans perpendiculaires au sens du coulage et se traduit, pour un béton atteint d’alcali-réaction, par une **direction privilégiée de la fissuration**, perpendiculairement au sens du coulage, et donc par des déformations globales plus fortes dans ce sens. Ce phénomène est renforcé par l’aplatissement éventuel des granulats et l’orientation de leur axe principal suivant des plans horizontaux.

Au fur et à mesure de l’augmentation des déformations, la composante transversale des contraintes internes atteindra à son tour la limite élastique du matériau, conduisant à la formation de fissures à tendance verticale. Peu à peu apparaîtra un **faïençage**, que l’on observe sur la plupart des ouvrages atteints d’alcali-réaction.

L’ouverture des fissures facilite la pénétration de l’eau et la diffusion des réactants à l’échelle microscopique. Ce changement de régime diffusionnel est à l’origine de la forme des courbes de gonflement. Ceci est à la base du modèle de comportement que nous proposons.

3) Modélisation et perspectives d'application aux ouvrages

Quel que soit le type de modélisation envisagée, il est indispensable de disposer de suffisamment de données pour étayer des hypothèses et calibrer des paramètres. Ce travail peut servir de base à d'autres approches théoriques.

En ce qui concerne l'étude de l'évolution des **propriétés mécaniques** d'un béton atteint d'alcali-réaction, nous avons montré que de très fortes chutes de résistance peuvent provenir des conditions de conservation (lixiviation lors de stockage en immersion). **Pour des éprouvettes conservées en humidité, aucune chute de résistance en compression ou en fendage n'a été mise en évidence**, malgré des déformations dépassant 0,25% (2 500 $\mu\text{m}/\text{m}$). L'évolution de la résistance au fendage est certainement influencée par l'orientation de la fissuration.

Par contre, **le module d'Young diminue sensiblement**, d'environ 25% par rapport au module initial du béton de même composition et de 35 à 45% (exceptionnellement) par rapport au module d'une éprouvette de même âge, de formulation voisine mais non réactive. Cette chute se stabilise rapidement.

Cette dernière remarque peut permettre de prendre en compte la diminution du module d'Young dans une modélisation en adoptant une valeur faible (de l'ordre de 25 000 MPa), **sans qu'il soit nécessaire de la faire évoluer au cours du temps**.

L'hypothèse d'élasticité linéaire reste valable malgré la fissuration.

Par ailleurs, il s'avère important de savoir si la réaction se déroule en présence d'apports d'eau extérieurs, ou bien seulement avec l'eau de gâchage non consommée par l'hydratation du ciment, ou encore dans un béton en cours de dessiccation.

Pour nous aider à répondre à cette question difficile, car on ne connaîtra jamais l'historique des variations hydriques d'un ouvrage, nous savons désormais que la diffusion de l'eau à l'échelle de la structure peut être modélisée **indépendamment de l'alcali-réaction**.

Le découplage de la réaction chimique par rapport aux contraintes mécaniques appliquées au béton permet de simplifier la modélisation. Il a été mis en évidence par la conservation du gonflement volumique jusqu'à des contraintes uniaxiales de 10 MPa et confirmé par microscopie électronique à balayage et analyse minéralogique.

La prise en compte de la **plus grande facilité de diffusion lorsque le volume poreux augmente** nous a permis de proposer une loi de comportement, identifiée par **trois paramètres indépendants, nécessaires et suffisants pour prévoir l'évolution des déformations lors du développement de l'alcali-réaction** :

- le gonflement asymptotique,
- le temps de latence,
- et le temps caractéristique.

Rappelons brièvement que le temps de latence, lorsqu'il existe, est l'abscisse du point d'inflexion des courbes de gonflement. Quant au temps caractéristique, il décrit l'atténuation exponentielle de la deuxième partie de la courbe. Ces deux paramètres sont régis, pour un béton donné, par les conditions de température et d'apports d'eau extérieurs.

L'introduction d'un **aléa sur le gonflement asymptotique** est particulièrement intéressante, vue l'étendue des déformations que nous mesurons sur une même éprouvette (au moins de 1 à 1,5, souvent de 1 à 2, parfois de 1 à 2,5).

Le temps caractéristique dépend des apports d'eau extérieurs et de la température, dont l'effet se traduit par une **énergie d'activation**. Sa valeur a été évaluée expérimentalement entre 45 et 60 kJ/mol à partir d'essais macroscopiques de mesure de déformation sur éprouvettes de béton. Les temps caractéristiques varient du simple au triple entre des éprouvettes immergées et des éprouvettes sans apports d'eau extérieurs. Lorsqu'il n'y a pas de dessiccation, en extrapolant nos résultats à une valeur de 10°C, considérée comme une valeur moyenne sur ouvrage, le temps caractéristique ne dépasse pas un an, ce qui signifie que la tangente à la courbe de déformation au point d'inflexion coupe l'asymptote moins de deux ans plus tard.

En fait, le temps prépondérant de la cinétique de déformation est le temps de latence. Sa dépendance par rapport à la masse d'eau absorbée est semblable à celle du temps caractéristique, mais le phénomène le plus important est **l'influence majeure de la température sur ce temps de latence.**

Les résultats obtenus laissent envisager des valeurs de plusieurs années à température ambiante. Ce point fondamental, combiné à l'existence d'un **seuil de perte en eau** bloquant provisoirement la réaction et à l'apparition du **retrait de dessiccation** corrobore les observations sur ouvrages.

La mise en évidence de l'indépendance de la cinétique par rapport à l'historique des contraintes permet d'envisager un calcul d'ouvrage par une approche de type "déformations chimiques imposées", quantifiables à l'aide des résultats proposés et de tous les renseignements dont on pourra disposer sur les matériaux et la formulation du béton de l'ouvrage.

Une telle approche, appliquée à un cas précis d'ouvrage dégradé suffisamment instrumenté, permettrait de voir si l'on retrouve les désordres structurels observés, ce qui validerait la démarche proposée.

Finalement, les principaux apports de ce travail dans une perspective d'application aux problèmes "de terrain" résident dans :

- la mise en évidence d'une période de latence, pouvant s'étendre sur plusieurs années, que l'on peut apprécier comme un avertissement de l'ouvrage à ses gestionnaires !
- l'estimation des ordres de grandeur de différents éléments nécessaires à un modèle :
 - anisotropie,
 - hétérogénéité intrinsèque,
 - variabilité des gonflements en fonction de la présence d'eau,
 - paramètres décrivant l'évolution des déformations,

Ces valeurs indicatives devront bien sûr s'enrichir des connaissances accumulées sur un ouvrage donné.

C'est maintenant l'application à un cas concret des connaissances acquises sur le matériau qui ouvrira des perspectives plus précises sur la place d'une modélisation dans une méthodologie d'analyse de la pathologie des ouvrages atteints par l'alcali-réaction.

BIBLIOGRAPHIE

ABDUNUR C., 1985, '**Mesure de contraintes sur ouvrages d'art par une méthode de libération miniaturisée**', *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, vol. 138, Juillet/Août, pp. 5-14.

ABE M., KIKUTA S., MASUDA Y., TOMOZAWA F., 1989, '**Experimental study of mechanical behavior of reinforced concrete members affected by Alkali-Aggregate Reaction**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 691-696.

ADDIS B.J., 1986, (Ed), Fulton's concrete Technology, Portland Cement Institute, South Africa, 474 p.

BAKKER R.F.M., 1983, '**Influence of test Specimen Dimensions on the expansion of Alkali Reactive Aggregate in Concrete**', 6th International Conference on Alkalies in Concrete, Copenhagen, Denmark, pp. 369-375.

BARON J., 1971, '**Fissuration du béton par hydratation localement différée du ciment**', Rapport de recherche n°15 du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, 106 p.

BAULANDE B., 1993, '**Contribution à la détermination des poussées de gonflement dues aux alcali-réactions**', Thèse présentée devant l'Université Paul Sabatier de Toulouse en vue de l'obtention du Diplôme Universitaire de Recherche, soutenue le 5 Juillet, 165 p.

BÉRUBÉ M.A., FOURNIER B., 1986, '**Les produits de la réaction alcalis-silice dans le béton : étude de cas de la région de Québec**', *Canadian Mineralogist*, vol. 24, n°2, pp. 271-288.

BÉRUBÉ M. A., CARLES-GIBERGUES A., 1992, '**La durabilité des bétons face à l'alcali-réaction**', La Durabilité des Bétons, Collection de l'Association Technique de l'Industrie des Liants Hydrauliques, Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, pp. 285-347.

BOLLOTTE B., 1992, '**Development of an accelerated performance test on concrete for evaluating its resistance to AAR**', 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, Great Britain, pp. 110-116.

BOULAY C, COLSON A., 1981, '**Un extensomètre à béton éliminant l'influence des déformations transversales sur la mesure des déformations longitudinales**', *Matériaux et Constructions*, vol. 14, n° 79, pp. 35-38.

BLIGHT G. E., ALEXANDER M. G., SCHUTTE W. K., RALPH T. K., 1983, '**The effect of alkali-aggregate reaction on the strength and deformation of reinforced concrete structure**', 6th International Conference on Alkalies in Concrete, Copenhagen, Denmark, pp. 401-410.

- BLIGHT G. E., ALEXANDER M. G., RALPH T. K., LEWIS B. A., 1989, '**Effect of alkali-aggregate reaction on the performance of a reinforced concrete structure over a six-year period**', Magazine of Concrete Research, vol. 41, no. 147, June, pp. 69-77.
- BOULAY C., BELLOC A., DE LARRARD F., TORRENTI J. M., 1992, '**Une nouvelle méthode de surfacage des éprouvettes en béton à hautes et très hautes performances**', *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, vol. 179, Mai-Juin, pp. 43-55.
- CAPRA B., 1997, '**Modélisation des effets mécaniques induits par les réactions alcalis-granulats**', Thèse de doctorat de l'École normale supérieure de Cachan, soutenue le 14 Janvier 1997.
- CAPRA B., BOURNAZEL J.P., MORANVILLE-REGOURD M., 1996, '**A mathematical modelling to describe the effects of Alkali-Aggregate Reactions in concrete structures**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 686-693.
- CHAMPENOIS S., TOUZÉ P., 1995, '**Étude de deux méthodes d'échantillonnage et tests chimiques sur les échantillons prélevés à l'aide du répartiteur PK1000**', Rapport interne, LCPC.
- CHANA P. S., KOROBOKIS G.A., 1991, '**Structural performance of reinforced concrete affected by alkali-silica reaction : Phase I**', TRRL Contractor Report 267, Transport and Road Research Laboratory, 77 p.
- CHATTERJI S., 1979, '**The role of Ca(OH)_2 in the breakdown of Portland cement concrete due to alkali-silica reaction**', Cement and Concrete Research, vol. 9, pp. 185-188.
- CHATTERJI S., JENSEN A.D., THAULOW N., CHRISTENSEN P., 1986, '**Studies of alkali-silica reaction, Part 3: Mechanisms by which NaCl and Ca(OH)_2 affect the reaction**', Cement and Concrete Research, vol. 16, pp. 246-254.
- CHATTERJI S., THAULOW N., JENSEN A.D., 1987, '**Studies of alkali-silica reaction, Part 4: effect of different alkali salt solution on expansion**', Cement and Concrete Research, vol. 17, no. 5, pp. 777-783.
- CLARK L. A., 1989, '**Critical review of the structural implications of the alkali silica reaction in concrete**', TRRL Contractor Report 169, Transport and Road Research Laboratory, 89 p.
- CLARK L.A., NG K.E., 1989, '**Some factors influencing expansion and Strength of the SERC/BRE Standard ASR concrete mix**', Science and Engineering Research Council, Repair, Maintenance and Operations Conference, London, Great Britain, pp. 89-94.
- CLARK L.A., 1991, '**Modelling the structural effects of alkali-silica reactions on reinforced concrete**', ACI Materials Journal, May-June, vol. 88, pp. 271-277.
- CLAYTON N., 1978, '**Fluid-pressure testing of concrete cylinders**', Magazine of Concrete Research, vol. 30, no. 102, Mar., pp. 26-30.
- CLAYTON N., 1990, '**The cylinder splitting test as a method for determining the compressive strength of concrete**', Magazine of Concrete Research, vol. 42, no. 150, Mar., pp. 51-55.

- CLAYTON N., CURRIE R. J., MOSS R. M., 1990, '**The effects of alkali-silica reaction on the strength of prestressed concrete beams**', *The Structural Engineer*, vol. 68, no. 15, Août, pp. 287-292.
- CLERGUE C., CORNEILLE A., 1989, '**Search to a new rapid and reliable test method, with a view to evaluate the damage risk in concrete, due to alkali-aggregate reaction**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 397-401.
- COUSSY O., 1995, *Mechanics of porous continua*, John Wiley & Sons, Chichester, UK.
- DANAY A., 1994, '**Structural mechanics methodology in diagnosing and assessing long-term effects of alkali-aggregate reactivity**', *ACI Materials Journal*, January/February, pp. 54-62.
- DAVIES G., OBERHOLSTER R.E., 1988, '**Alkali-silica reaction products and their development**', *Cement and Concrete Research*, vol. 18, pp. 621-635.
- DE LARRARD F., TORRENTI J. M., ROSSI P., 1988, '**Le flambement à deux échelles dans la rupture du béton en compression**', *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, vol. 154, Mars-Avril, pp. 51-55.
- DE LARRARD F., LARIVE C., 1994, '**BHP et alcali-réaction : deux concepts incompatibles ?**', *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, no. 190, Mars-Avril, pp. 107-109.
- DELOYE F. X., 1978, '**Analyse minéralogique, application aux bétons durcis en liaison avec la pérennité des ouvrages**', Rapport LPC n°83.
- DELOYE F.X., 1983, '**Perspectives offertes par l'exploitation des données issues de l'analyse du béton durci**', *Annales de l'ITBTP*, n° 417, septembre, série : Béton 216.
- DELOYE F. X., 1986, '**L'analyse des bétons durcis. Une méthode d'évaluation de l'état physico-chimique du matériau**', FAER 1 63 24 4, LCPC, Paris.
- DELOYE F.X., 1989, '**Action conjuguée du soufre et des alcalins dans les réactions liants-granulats au sein du béton**', *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, no. 161, Mai-Juin, pp. 41-45.
- DELOYE F.X., DIVET L., 1992, '**The alkali-Aggregate Reaction quantitative aspects**', 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, Great Britain, pp. 251-260.
- DENT GLASSER L.S., 1979, '**Osmotic pressure and the swelling of gels**', *Cement and Concrete Research*, vol. 9, pp. 515-517.
- DENT GLASSER L.S., 1980, '**A reply to P.K. Mehta's discussion of "Osmotic pressure and the swelling of gels"**', *Cement and Concrete Research*, vol. 10, pp. 125-126.
- DENT GLASSER L.S., KATAOKA N., 1982, '**On the role of calcium in the alkali-aggregate reactions**', *Cement and Concrete Research*, vol. 12, pp. 321-331.
- DENT GLASSER L.S., KATAOKA N., 1981 a, '**The chemistry of "alkali-aggregate" reaction**', *Cement and Concrete Research*, vol. 11, pp. 1-9.

- DENT GLASSER L.S., KATAOKA N., 1981 b, '**The chemistry of "alkali-aggregate" reaction**', 5th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Cape Town, South Africa, paper 252/23.
- DENT GLASSER L.S., KATAOKA N., 1981 c, '**A reply to J. Bensted's discussion of "the chemistry of alkali-aggregate reaction"**', Cement and Concrete Research, vol. 11, pp. 809-810.
- DIAB Y., PRIN D., 1992, '**Alkali-Aggregate Reaction structural effects : a finite element model**', 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, Great Britain, pp. 261-268.
- DIAMOND S., BARNEYBACK R.S., STRUBLE L.J., 1981, '**On the physics and chemistry of Alkali-Silica Reactions**', 5th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Cape Town, South Africa, paper 252/22.
- DIVET L., DAVY J.P., 1996, '**Étude des risques d'oxydation de la pyrite dans le milieu basique du béton**', Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, no. 204, Juillet-Août, pp. 97-107.
- DRON R., BRIVOT F., 1992, '**Thermodynamic and kinetic approach to the alkali-silica reaction. Part 1 : concepts**', Cement and Concrete Research, vol.22, no. 5, pp. 941-948.
- DRON R., BRIVOT F., 1993, '**Thermodynamic and kinetic approach to the alkali-silica reaction. Part 2 : experiments**', Cement and Concrete Research, vol.23, no. 1, pp. 93-103.
- DRON R., BRIVOT F., 1993, '**A discussion of the paper "Study of some synthetically prepared hydrous alkali calcium silicates" by S.J. Way and A. Shayan**', Cement and Concrete Research, vol. 23, pp. 1001-1002.
- DRON R., BRIVOT F., 1996, '**Solid-liquid equilibria in C-K-S-H / H₂O systems**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 927-933.
- DRON R., NONAT A., BRIVOT F., 1994, '**Mécanisme de la réaction alcali-silice**', Journées des Sciences de l'Ingénieur JSI 94 des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 4-7 Oct. 1994, Presqu'île de Giens, Tome II, pp. 225-233.
- DRON R., BRIVOT F., CHAUSSADENT T., 1997, '**Mechanism of the alkali-silica reaction**', Congrès de la Chimie des Ciments, Göteborg, Suède, Mai, à paraître.
- DURAND B., ROUX R., HOUDE J., BLANCHETTE A., 1991, '**Expansion libre et contrainte développée par les réactions alcalis-granulats**', CANMET / ACI SP-126, 2ème Conférence Internationale sur la durabilité du béton, Volume supplémentaire, Août, pp. 797-815.
- FASSEU P., GODART B., 1996, '**Treatment of structures by waterproof coatings**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 583-590.
- FRENCH W. J., 1992, '**The caractérisation of potentially reactive aggregates**', 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, Great Britain, pp. 338-346.

- FUJII M., KOBAYASHI K., KOJIMA T., MAEHARA H., 1986, '**The static and dynamic behavior of reinforced concrete beams with cracking due to alkali-silica reaction**', 7th International Conference on Alkali-Aggregate Reactions, Ottawa, Canada, pp. 126-130.
- FURUSAWA Y., OHGA H., UOMOTO T., 1994, '**An analytical study concerning prediction of concrete expansion due to alkali-silica reaction**', Third CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete, Nice, France, pp. 757-779.
- GODART B., 1993, '**Progression dans les connaissances sur les phénomènes d'alcalis-réactions. Évaluation et surveillance des ouvrages**', Annales de l'ITBTP, no. 517, Octobre, pp. 134-162.
- GODART B., LE ROUX A., 1995, '**Alcali-réaction dans le béton. Mécanisme, pathologie et prévention**', Techniques de l'ingénieur, Traité construction, C2 252, 15p.
- GRANGER L., 1996, '**Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires. Analyse et modélisation**', Études et recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Série Ouvrages d'Art, OA21. Chapitre III, pp. 157-204.
- GRANGER L., 1996, '**Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires. Analyse et modélisation**', Études et recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Série Ouvrages d'Art, OA21, Chapitre IV; pp. 206-241.
- GUDMUNDSSON G., ASGEIRSSON H., 1983, '**Parameters affecting alkali expansion in Icelandic concretes**', 6th International Conference on Alkalies in Concrete, Copenhagen, Denmark, pp. 217-222.
- GUÉDON J.S., MARTINEAU F., 1991, '**Mise en évidence du gel d'alcali-réaction par fluorescence dans un béton âgé d'un an**', *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, Note technique, no. 175, pp. 100-101.
- GUÉDON J. S., 1993, '**Relation fissuration-expansion**', Annales de l'ITBTP, n°512, Mars-Avril, pp. 144-155.
- GUÉDON J.S., MARTINEAU F., 1992, '**Visualization of alkali-reaction products by fluorescence. Development of the method for the survey of structures**', 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, Great Britain, pp. 395-402.
- GUÉDON-DUBIED J.S. , MARTINEAU F., 1996, Communication personnelle.
- GUÉDON-DUBIED J.S., 1997, Communication personnelle.
- GUÉNOT-DELAHAIE I., 1996, '**Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton**', Thèse de doctorat de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, soutenue le 15 Octobre.
- Guide pour l'élaboration du dossier carrière, Document annexe aux recommandations pour la prévention des désordres dus à l'alcali-réaction, Publication LCPC.
- GY P., 1983, '**Les erreurs d'échantillonnage**', *Analisis*, vol. 11, no. 9, pp. 413-440.
- HANSEN W.C., 1963, '**Crystal growth as a source of expansion in Portland-cement concrete**', *American Society for Testing and Materials*, vol. 63, pp. 932-945.

- HAWKINS M.R., 1983, '**Minimizing the risk of alkali-silica reaction**', Report of working party, Cement and Concrete association, UK.
- HOBBS D.W., 1981, '**Expansion due to alkali-silica reaction and the influence of pulverised fuel ash**', 5th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Cape Town, South Africa, paper 252/30.
- HOBBS D. W., 1988, '**Influence of applied stress and the effect on the mechanical properties of concrete**', *Alkali-Silica Reaction in Concrete*, éd. Thomas Telford, Londres, chapitre 3, pp. 56-72.
- HOBBS D. W., 1990, '**Alkali-silica reaction : its effect on concrete members and structures**', Fourth Rail Bridge Centenary Conference: Developments in Structural Engineering, Edinburgh, Scotland, vol. 2, pp. 798-816.
- HUGHES B. P., ASH J. E., 1969, '**Water gain and its effect on concrete**', *Concrete*, Dec., pp. 494-496.
- IMAI H., YAMASAKI T., MAEHARA H., MYIAGAWA T., 1986, '**The deterioration by Alkali-Silica Reaction in Hanshin Expressway concrete structures: investigation and repair**', 7th International Conference on Alkali-Aggregate Reactions, Ottawa, Canada, pp. 131-135.
- INOUE S., FUJI M., KOBAYASHI K., NAKANO K., 1989, '**Structural behaviors of reinforced concrete beams affected by Alkali-Silica Reaction**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp.727-732.
- Institution of Structural Engineers (ISE), 1992, '**Structural effects of alkali-silica reaction, Technical guidance on the appraisal of existing structures**', Juillet, Published for the Institution of Structural Engineers, London.
- JEHENNE F., HORNAIN H., MARTINET G., 1996, '**Pop-out formation and bulk cracking of concrete induced by calcareous metamorphic aggregates in tropical environment**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 978-985.
- JENSEN A.D., CHATTERJI S., CHRISTENSEN P., 1982, '**Studies of alkali-silica reaction - Part I: a comparison of two accelerated tests methods**', *Cement and Concrete Research*, vol. 12, pp. 641-647.
- JENSEN A.D., CHATTERJI S., CHRISTENSEN P., THAULOW N., 1984, '**Studies of alkali-silica reaction - Part II : effect of air-entrainment on expansion**', *Cement and Concrete Research*, vol. 14, pp. 311-314.
- JOHANSEN V., THAULOW N., SKALNY J., 1993, '**Simultaneous presence of alkali-silica gel and ettringite in concrete**', *Advances in Cement Research*, vol. 5, no. 17, Jan., pp. 23-29.
- JOLY M., LARIVE L., LAFON J., 1994, '**systèmes de mesure dimensionnelle d'éprouvettes en béton**', Journées des Sciences de l'Ingénieur JSI 94 des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 4-7 Oct. 1994, Presqu'île de Giens, Tome II, pp. 193-200.
- JONES T.N., 1988, '**A new interpretation of alkali-silica reaction and expansion mechanisms in concrete**', *Chemistry and Industry*, vol. 18, January, pp. 40-44.

- JONES A. E. K., CLARK L. A., AMASAKI S., 1994, '**The suitability of cores in predicting the behaviour of structural members suffering from ASR**', Magazine of Concrete Research, vol. 46, pp. 154-150.
- JONES A. E. K., CLARK L. A., 1996, '**The effects on ASR expansion of reinforced concrete**', Magazine of Concrete Research, vol. 48, no. 174, Mar. pp. 1-13.
- KOBAYASHI K., INOUE S., YAMASAKI T., NAKANO K., 1988, '**Alkali-aggregate reaction in prestressed concrete beams**', The international Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete, vol. 10, no. 4, pp. 233-240.
- KOBAYASHI K., SHIRAKI R., KAWAI K., 1989, '**Influence of alkali concentration distribution occurring in concrete members on expansion and cracking due to alkali-silica reaction**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 641-646.
- LARIVE C., 1990, '**Analyse critique des réactions alcalis-silice et de leurs implications mécaniques**', Mémoire de D.E.A. de Mécanique des Solides et des Structures, Paris, ENPC, 29 p.
- LARIVE C., LOUARN N., 1992, '**Diagnosis of Alkali-Aggregate Reaction and Sulphate Reaction in French Structures**', 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, Great Britain, pp. 587-598.
- LARIVE C., JOLY M., DUBOIS J.P., CHOQUET P., 1995, '**Theoretical and experimental validation of the vibrating-wire principle. Application to a low stiffness strainmeter for embedment in concrete**', Proceedings of the 4th International Symposium on Field Measurements in Geomechanics, Bergamo, Italy, April 10-12, pp. 341-348.
- LARIVE C., COUSSY O., 1996, '**Behaviour of AAR-affected concrete, modelling**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 662-669.
- LARIVE C., LAPLAUD A., JOLY M., 1996, '**Behaviour of AAR-affected concrete, experimental data**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 670-677.
- LE MAOU F., 1995, communication personnelle.
- LE ROUX A., MASSIEU E., GODART B., 1992, '**Evolution under stress of a concrete affected by AAR - Application to the feasibility of strengthening of a bridge by prestressing**', 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, Great Britain, pp. 599-606.
- LE ROY R., 1995, '**Déformations instantanées et différées des bétons à hautes performances**', Thèse de doctorat de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, soutenue le 19 Septembre.
- LÉGER P., TINAWI R., MOUNZER N., 1995, '**Numerical simulation of concrete expansion in concrete dams affected by alkali-aggregate reaction: state-of-the-art**', Canadian Journal of Civil Engineering, vol. 22, pp. 692-713.
- LOMBARDI J., 1992, '**Contribution à l'étude des gels silico-calco-alcalins, dans les bétons affectés par les alcalis-réactions**', Mémoire de D.E.A. de Géologie et Géochimie Sédimentaire de l'Université Paris-Sud, Septembre, 94 p.

- LOMBARDI J., 1997, '**Étude des processus de formation et des propriétés physico-chimiques des gels silico-calco-alkalins observés dans les bétons**', Thèse de doctorat de l'Université Paris-Sud, à soutenir.
- LOMBARDI J., PERRUCHOT A., MASSARD P., LARIVE C., 1996 a, '**Étude comparée de gels silico-calciques produits des réactions alcalis-granulats dans les bétons et de gels synthétiques types**', Cement and Concrete Research, Vol. 26, No. 4, pp. 623-631.
- LOMBARDI J., MASSARD P., PERRUCHOT A., 1996 b, '**Les alcalins appartiennent-ils à la structure des gels, produits des alcalis-réactions dans les bétons ?**', C. R. Acad. Sci. Paris, t. 323, série II a, pp. 283-288.
- LOMBARDI J., MASSARD P., PERRUCHOT A., 1997, '**Mesure expérimentale de la cinétique de formation d'un gel silico-calcique, produit de la réaction alcalis-silice**', Soumis à Cement and Concrete Research.
- LOOS G., 1993, '**Solubilisation de la silice en milieu alcalin : étude cinétique réalisée sur des matériaux calcaires**', FAER 1 46 03 3, Rapport interne des LPC.
- LOOS G., 1994 a, '**Solubilisation de la silice en milieu alcalin, étude cinétique réalisée sur des matériaux calcaires**', Journées des Sciences de l'Ingénieur JSI 94 des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 4-7 Oct. 1994, Presqu'île de Giens, Tome II, pp. 245-251.
- LOOS G., 1994 b, '**Solubilisation de la silice en milieu alcalin : étude cinétique réalisée sur des matériaux calcaires (2)**', FAER 1 46 03 4, Rapport interne des LPC.
- LOOS G., 1995, '**Solubilisation de la silice en milieu alcalin : étude cinétique réalisée sur l'opale du puy et interprétation des résultats antérieurs**', FAER 1 46 03 5, Rapport interne des LPC.
- LOOS G., 1996, '**Solubilisation de la silice en milieu alcalin : étude cinétique réalisée sur du tout-venant du Tournaisis**', FAER 2 41 76 6, Rapport interne des LPC.
- LOUARN N., 1989, '**Apport de la microscopie électronique à l'étude de l'action conjuguée du soufre et des alcalins dans les réactions liant-granulats au sein du béton**', *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, no. 161, Mai-Juin, pp. 41-45.
- LOUARN N., DELOYE F. X., 1996, '**Quantification de l'alcali-réaction à l'aide du calcul minéralogique, Premier Bilan**', Rapport du thème OA 6, sujet 1 46 03 5, Septembre, 13 p.
- LOUARN N., LARIVE C., 1993, '**Alcali-réaction et Réaction sulfatique : synthèse des études microscopiques d'expertises de ponts dégradés**', *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, Mars-Avril 1993 , N°184, pp. 57-69.
- LOUARN N. DELOYE F.X., 1996, '**Quantification de l'alcali-réaction à l'aide du calcul minéralogique, Premier bilan**', Compte-rendu de travail, Rapport interne LCPC.
- LUDWIG U., SIDERIS K., 1975, '**Mechanismus und Wirkungsweise der Alkali-Zuschlag-Reaktion**', *Sprechsaal für Keramik, Glass, Baustoffe*, vol. 108, n° 5-6, pp. 128-148.

- LUDWIG U., WOLF G., HIRCHE D., NÜRNBERG H.W., 1973, '**Die Alkali-Kieselsäure-Reaktion**', Sprechsaal für Keramik, Glass, Baustoffe, vol. 106, pp. 982-992.
- LUDWIG U., WOLF G., HIRCHE D., NÜRNBERG H.W., 1974, '**Die Alkali-Kieselsäure-Reaktion**', Sprechsaal für Keramik, Glass, Baustoffe, vol. 107, pp. 83-92, 187-206.
- MCLEISH A., 1990, '**Structural implications of the alkali-silica reaction in concrete**', TRRL Contractor Report 177, Transport and Road Research Laboratory, 63 p.
- MCGOWAN J. K., VIVIAN H. F., 1954, '**Studies in Cement-Aggregate Reaction, XXIII. The effect of superincumbent load on mortar bar expansion**', Australian Journal of applied Science, vol. 5, pp.94-97.
- MAGNE I., 1996, '**Suivi et modélisation du comportement de caissons nucléaires en béton précontraint. Cas de Saint-Laurent des Eaux A1**', Rapport de D.E.A., ENTPE, 99 p.
- MARTINEAU F., 1997, communication personnelle.
- MARTINEAU F., GUÉDON-DUBIED J.S., LARIVE C., 1996, '**Evaluation of the relationships between swelling, cracking, development of gels**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 798-805.
- MASO J. C., 1982, '**La liaison Pâte-granulat**', Le béton hydraulique, Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, pp. 247-259.
- MASSARD P., PERRUCHOT A., LOMBARDI J., 1997, '**Étude des processus de formation des gels silico-calco-alcalins observés dans les bétons**', Rapport final, en cours.
- MAY I.M., WEN H.X., 1992, '**The modelling of the effects of AAR expansion on reinforced concrete members**', 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, Great Britain, pp. 638-647.
- MAY I. M., 1996, '**Modelling of the structural behaviour of AAR affected reinforced concrete members**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 434-441.
- MEHTA P. K., 1986, Concrete : Structure, Properties and Materials, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, NJ.
- Méthode d'essai des L.P.C. no. 36, 1992, '**Essai de mise en évidence du gel d'alcali-réaction par fluorescence des ions uranyl**'.
- MICHAUD V., 1995, '**Simulation expérimentale de l'alcali-réaction des bétons, étude de l'influence des ions sulfate**', Thèse de doctorat de l'Université de Bourgogne, soutenue le 11 Décembre.
- MINDESS S., 1996, '**Tests to determine the mechanical properties of the interfacial zone**', Interfacial Transition Zone in Concrete, Rilem Report 11, edited by J. C. MASO, E & FN SPON, pp. 47-63.
- MORANVILLE-REGOURD M., 1981, '**The alkali-aggregate reaction - Concrete microstructural evolution**', 5th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Cape Town, South Africa, paper 252/35.

- MORANVILLE-REGOURD M., 1989, '**Porosity/Diffusivity and Alkali-Silica Reaction**', Materials Research Society Symposium Proceedings, vol. 137, pp. 225-233.
- MORANVILLE-REGOURD M., 1989, '**Products of reaction and petrographic examination**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 445-456.
- NATESAIYERK., HOVER K.C., 1988, '**In-situ identification of ASR products in concrete**', Cement and Concrete Research, vol. 18, pp. 455-463.
- NATESAIYERK., HOVER K.C., 1989 a, '**Some field studies of the new in-situ method for identification of alkali-silica reaction products**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 555-560.
- NATESAIYERK., HOVER K.C., 1989 b, '**Further study of an in-situ identification method for alkali-silica reaction products in concrete**' Cement and Concrete Research, vol. 19, pp. 770-778.
- NATESAIYERK., HOVER K.C., STARK D., 1991, '**Gel fluorescence reveals reaction products traces**', Concrete international, pp. 25-28.
- NEVILLE A. M., 1981, '**properties of concrete**', Longman Scientific & Technical, third edition
- NEVILLE A. M., DILGER W. H., BROOKS J. J., 1983, '**Creep of plain and structural concrete**', Construction Press.
- NIELSEN A., 1983, '**Service life prediction and alkali-silica reactions**', 6th International Conference on Alkalies in Concrete, Copenhagen, Denmark, pp. 411-418.
- NIETO P., DRON R., THOUVENOT R., ZANNI H., BRIVOT F., 1995, '**Étude de la transformation sol-gel du complexe calcium-polysilicate par RMN de ^{43}Ca** ', Compte-Rendu de l'Académie des Sciences, t. 320, Série II b, pp. 485-488.
- NILSSON L.O., 1983, '**Moisture effects on the alkali-silica reaction**', 6th International Conference on Alkalies in Concrete, Copenhagen, Denmark, pp.201-208.
- NORRIS P., WOOD J. G. M., BARR B., 1990, '**A torsion test to evaluate the deterioration of concrete due to alkali-aggregate reaction**', Magazine of Concrete Research, vol. 42, no. 153, Dec., pp. 230-244.
- OHNO S., YOSHIOKA Y., SHINOZAKI Y., MORIKAWA T., 1989, '**The mechanical behaviour of beams coated after Alkali-Silica Reaction damage**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp.697-702.
- PIHLAJAVAARA S. E., 1974, '**A review of some of the main results of a research on the ageing phenomena of concrete : Effect of moisture conditions on strenght, shrinkage and creep of mature concrete**', Cement and Concrete Research, vol. 4 no. 5 pp. 761-771.
- PLEAU R., BÉRUBÉ M. A., PIGEON M., FOURNIER B., RAPHAEL S., 1989, '**Mechanical behavior of concrete affected by ASR**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 721-726.
- PRINCE W., PÉRAMI R., 1993, '**Mise en évidence du rôle essentiel des ions OH^- dans les réactions alcali-silice**', Cement and Concrete Research, vol. 23, pp. 1121-1129.

PRINCE W., PÉRAMI R., BAULANDE B., 1996, '**A new device for AAR-swelling pressure determination**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 806-813.

PUTTERILL K.E., OBERHOLSTER R.E., 1985, '**Investigation of different variables that influence the expansion of concrete caused by Alkali-Aggregate Reaction under natural environmental conditions**', Report BBR 626, National Building Research Institute, Council for scientific and industrial Research, Pretoria, 31 p.

RANC R., CARIOU B., SORRENTINO D., 1990, '**Storage conditions and reliability of the ASTM C227 mortar bar and CSA A23. 2-14 A concrete prism tests**', Workshop on Canadian Developments in Testing Concrete Aggregates for Alkali-Aggregate Reactivity, Toronto, Canada, Engineering Materials Report 92, pp. 190-200.

RAPHAËL S., SARKAR S. L., AÏTCIN P. C., 1989, '**Alkali-Aggregate Reactivity – Is it always harmful ?**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 809-814.

Recommandations pour la prévention des désordres dus à l'alcali-réaction, 1994, Publication LCPC.

Recommandations provisoires pour la prévention des désordres dus à l'alcali-réaction, 1991, Publication LCPC.

RIGDEN S. R., MAJLESI Y., BURLEY E., 1995, '**Investigation of factors influencing the expansive behaviour, compressive strength and modulus of rupture of alkali-silica reactive concrete using laboratory concrete mixes**', Magazine of Concrete Research, vol. 47, no. 170, Mar., pp. 11-21.

ROGERS C.A., HOOTON R.D., 1991, '**Reduction in mortar and concrete expansion with reactive aggregates due to alkali-leaching**', Cement, Concrete, and Aggregates, CCAGDP, vol. 13, no 1, pp. 42-49.

SELLIER A., 1995, '**Modélisation probabiliste du comportement de matériaux et de structures en génie civil**', Thèse de doctorat de l'École Normale Supérieure de Cachan, soutenue le 4 Décembre.

SELLIER A., BOURNAZEL J.P., MÉBARKI A., 1996, '**Modelling the alkali-aggregate reaction within a probabilistic framework**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 694-701.

SHAYAN A., QUICK G.W., 1989, '**Microstructure and composition of AAR products in conventional standard and new accelerated testing**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 475-482.

SHAYAN A., QUICK G.W., 1991/1992, '**Relative importance of deleterious reactions in concrete: formation of AAR products and secondary ettringite**', Advances in Cement Research, vol. 4, no. 16, Oct., pp. 149-157.

SHAYAN A., QUICK G.W., 1992, '**Microscopic features of cracked and uncracked concrete railway sleepers**', ACI Materials Journal, vol. 89, no. 4, pp. 348-361.

SHAYAN A., DIGGINS R., IVANUSEC I., 1996, '**Long-term effectiveness of fly ash in preventing deleterious expansion due to Alkali-Aggregate Reaction in Concrete**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp.538-545.

- SIBBICK R.G., PAGE C.L., 1992, '**Threshold alkali contents for expansion of concretes containing British aggregates**', *Cement and Concrete Research*, vol. 22, pp.990-994.
- SIDERIS K., 1974, '**Theorie des Mechanismus der Alkali-Kieselsäure-Reaktion**', Thèse de doctorat de l'Université d'Aix-la-Chapelle.
- STRUBLE L.J., DIAMOND S., 1981 a, '**Swelling properties of synthetic alkali-silica gels**', *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 64, no. 11, pp. 652-655.
- STRUBLE L.J., DIAMOND S., 1981 b, '**Unstable swelling behaviour of alkali-silica gels**', *Cement and Concrete Research*, vol. 11, pp. 611-617.
- SWAMY R. N., AL-ASALI M. M., 1986, '**Influence of alkali-silica reaction on the engineering properties of concrete**', *Alkalis in concrete*, éd. V. H. Dodson, STP930 American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, pp. 69-86.
- SWAMY R. N., 1988, '**Structural implications of alkali-silica reaction**', paper presented to Yorkshire Branch of Institution of Structural Engineers, non publié.
- SWAMY R. N., 1989, '**Structural implications of Alkali-Silica Reaction**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 683-689.
- TOUTLEMONDE F., LE MAOU F., 1996, '**Protection des éprouvettes de béton vis-à-vis de la dessiccation. Le point sur quelques techniques de laboratoire**', *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, no. 203, Mai-Juin, pp. 105-119.
- URHAN S., 1987, '**Alkali-silica and pozzolanic reactions in concrete. Part 1 : interpretation of published results and an hypothesis concerning the mechanism**', *Cement and Concrete Research*, vol. 17, pp. 141-152.
- WANG H., GILLOTT J.E., 1991 a, '**Mechanism of alkali-silica reaction and the significance of calcium hydroxide**', *Cement and Concrete Research*, vol. 21, pp. 647-654.
- WANG H., GILLOTT J.E., 1991 b, '**Effect of Ca(OH)₂ on alkali-silica reaction**', *Magazine of Concrete Research*, vol. 43, no. 156, Sept, pp. 215-218.
- WAY S.J., SHAYAN A., 1993, '**Synthesis and characterisation of crystalline analogues of alkali-aggregate reaction products**', *Cement and Concrete Research*, vol. 23, pp.471-479.
- WEN H.X., BALENDRAN R.V., 1996, '**Use of analytical methods to estimate concrete deterioration due to AAR**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 678-685.
- WIEKER W., HÜBERT C., EBERT R., 1996, '**Contribution to the chemical reaction mechanism of the alkali-aggregate reaction**', 10th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Melbourne, Australia, pp. 919-926.
- WILSON M., CABRERA J.G., ZOU Y., 1994, '**The process and mechanism of alkali-silica reaction using fused silica as the reactive aggregate**', *Advances in Cement Research*, vol. 6, no. 23, pp. 117-125.
- WISHERS G., LOCHER F.W., BONZEL J., NIEMEYER E.A., SMOLCZYK H.G., SPRUNG S., DAHMS J., 1973, '**Vorbeugende Maßnahmen gegen Alkalireaktion im Beton**', *Schriftenreihe Zementindustrie*, Dusseldorf, no. 40.

WOOD J. G. M., YOUNG J. S., WARD D. E., 1986, '**The structural effects of Alkali-Aggregate Reaction on reinforced structures**', 7th International Conference on Alkali-Aggregate Reactions, Ottawa, Canada, pp. 157-162.

WOOD J. G. M., JOHNSON A., NORRIS P., 1986, '**Management strategies for buildings and bridges subject to degradation from Alkali-Aggregate Reaction**', 7th International Conference on Alkali-Aggregate Reactions, Ottawa, Canada, pp. 178-182.

WOOD J. G. M., Norris P., Leek D., 1989, '**Physical behaviour of AAR damaged concrete in structures and in test conditions**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 765-770.

WOOD J. G. M., JOHNSON A., 1989 b, '**An engineers perspective on U. K. experience with Alkali-Aggregate Reaction**', 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Kyoto, Japan, pp. 785-790.

ANNEXE 1 : MATÉRIAUX*

A.	GRANULATS.....	231
	I ANALYSES CHIMIQUES PAR FUSION.....	231
	II ANALYSES CHIMIQUES PAR ATTAQUE ACIDE.....	232
	III ANALYSES THERMIQUES (ATG/ATD).....	233
	IV. DIFFRACTOMÉTRIE DES RAYONS X.....	240
	V. ANALYSES MINÉRALOGIQUES.....	247
	1. Sable du Tournaisis.....	248
	2. Gravillons du Tournaisis.....	249
	3. Calcaire de Spratt.....	250
	VI. ANALYSES GRANULOMÉTRIQUES.....	251
	VII. MESURES DE SURFACE SPÉCIFIQUE.....	256
	1. Calcaire du Tournaisis (tranche granulométrique 1 à 2 mm).....	256
	2. Calcaire du Tournaisis décarbonaté.....	256
	VIII. CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES.....	257
	IX. OBSERVATIONS PAR MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE.....	257
	1. Calcaire du Tournaisis.....	257
	2. Calcaire de Spratt.....	263
B.	CIMENT.....	266
	I ANALYSES CHIMIQUES ET THERMIQUES.....	266
	II. COMPOSITION POTENTIELLE SELON BOGUE.....	267

* Des renseignements plus précis sur les méthodes d'analyse sont fournis en Annexe 2.

A. GRANULATS

I. ANALYSES CHIMIQUES PAR FUSION¹

La mise en solution est effectuée par une fusion avec du tétraborate de lithium. La prise d'essai est de 0,2 g. La perle obtenue est reprise par une solution d'acide nitrique diluée (HNO₃ au 1/50). Les modes opératoires "LCPC" ont été utilisés pour obtenir des résultats analytiques. Les analyses ont été obtenues soit par voie chimique, soit par ICP. Le soufre des sulfures a été obtenu en suivant la norme NF P 18-309.

(Résultats en %)	Sable Tournaisis 0/5	Gravillon Tournaisis 5/20	Opale St Pierre Eymac
Silice	17.77	19.26	92.57
Oxyde d'aluminium	1.73	1.19	0.29
Oxyde de titane	0.09	0.06	0.23
Oxyde ferrique	0.79	0.58	0.04
Oxyde de calcium	41.92	40.79	0.32
Oxyde de magnésium	1.11	1.26	0.11
Anhydride sulfurique	0.22	0.28	–
Oxyde de potassium	0.56	0.36	0.08
Oxyde de sodium	0.38	0.59	0.26
Chlore des chlorures	0.00	0.00	0.00
Soufre des sulfures	0.31	0.24	–
Oxygène des sulfures	0.62	0.48	–
Perte au feu	34.09	34.1	5.21
Oxyde de manganèse	0.01	0.01	0.07
Total	99.60	99.20	99.18

¹ P. Touzé, Section d'Analyses et d'Expertise des Matériaux, LCPC.

II. ANALYSES CHIMIQUES PAR ATTAQUE ACIDE²

La mise en solution des produits des effectuée par une attaque à acide nitrique dilué (HNO₃ au 1/50). Les modes opératoires "LCPC" ont été utilisés pour obtenir des résultats analytiques. Les analyses ont été obtenues soit par voie chimique, soit par ICP.

Résultats en %	Calcaire du Tournaisis	Spratt clair	Spratt foncé	Spratt mélange 1	Spratt mélange 2	Spratt mélange 3	Calcaire du Boulonnais
silice soluble	0.06	0.14	0.15	0.18	0.17	0.17	Traces
Oxyde d'aluminium	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	0.01
Oxyde de titane	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces
Oxyde ferrique	0.15	0.06	0.06	0.06	0.05	0.05	0.02
Oxyde de calcium	43.46	50.84	45.94	48.42	47.79	48.49	52.98
Oxyde de magnésium	1.06	1.06	1.37	1.41	1.49	1.31	1.82
anhydride sulfurique	0.37	-	-	0.07	-	-	0.06
Oxyde de potassium	0.02	Traces	0.01	0.02	0.01	0.01	Traces
Oxyde de sodium	0.04	0.03	0.03	0.01	0.02	0.03	0.02
Chlore des chlorures	-	0.01	Traces	Traces	0.01	Traces	0.01
Soufre des sulfures	0.26	0.08	0.17	0.12	0.12	0.14	0.03
Résidu insoluble	18.61	6.52	14.5	9.98	10.53	9.8	0.76
Perte au feu corrigée *	35.81	41.06	37.81	39.72	39.35	39.86	43.66
Oxyde de Manganèse	0.01	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.004
Total des éléments dosés	99.85	99.82	100.27	100.02	99.57	99.89	99.37
Soufre total, exprimé en SO ₃	1.01	0.43	0.21	0.35	0.31	0.35	
Perte au feu	35.29	37.47	40.9	39.48	39.11	39.58	

* : pour tenir compte de l'oxydation des pyrites.

III. ANALYSES THERMIQUES (ATG/ATD)³

Les analyse thermogravimétriques et les analyses thermiques différentielles ont été effectuées dans l'air jusqu'à 1080°C avec une vitesse de montée en température de 600°C/heure, avec un analyseur thermique simultané NETZCH STA 409.

ANALYSES THERMOGRAVIMÉTRIQUES

<i>résultats en %</i>	Eau basse température	Eau haute température	CO2 estimé	Perte au feu	CO2 total	CO2 de carbonatation
Tournaisis	1.21	-	31.65	35.28	31.65	2.42
Spratt clair	0.59	-	40.31	40.90	40.31	-
Spratt foncé	1.11	-	36.36	37.47	33.94	2.42
Spratt mélange 1	1.01	-	38.47	39.48	35.79	2.68
Spratt mélange 2	0.66	-	38.45	39.11	35.86	2.59
Spratt mélange 3	0.81	-	38.76	39.57	36.43	2.33

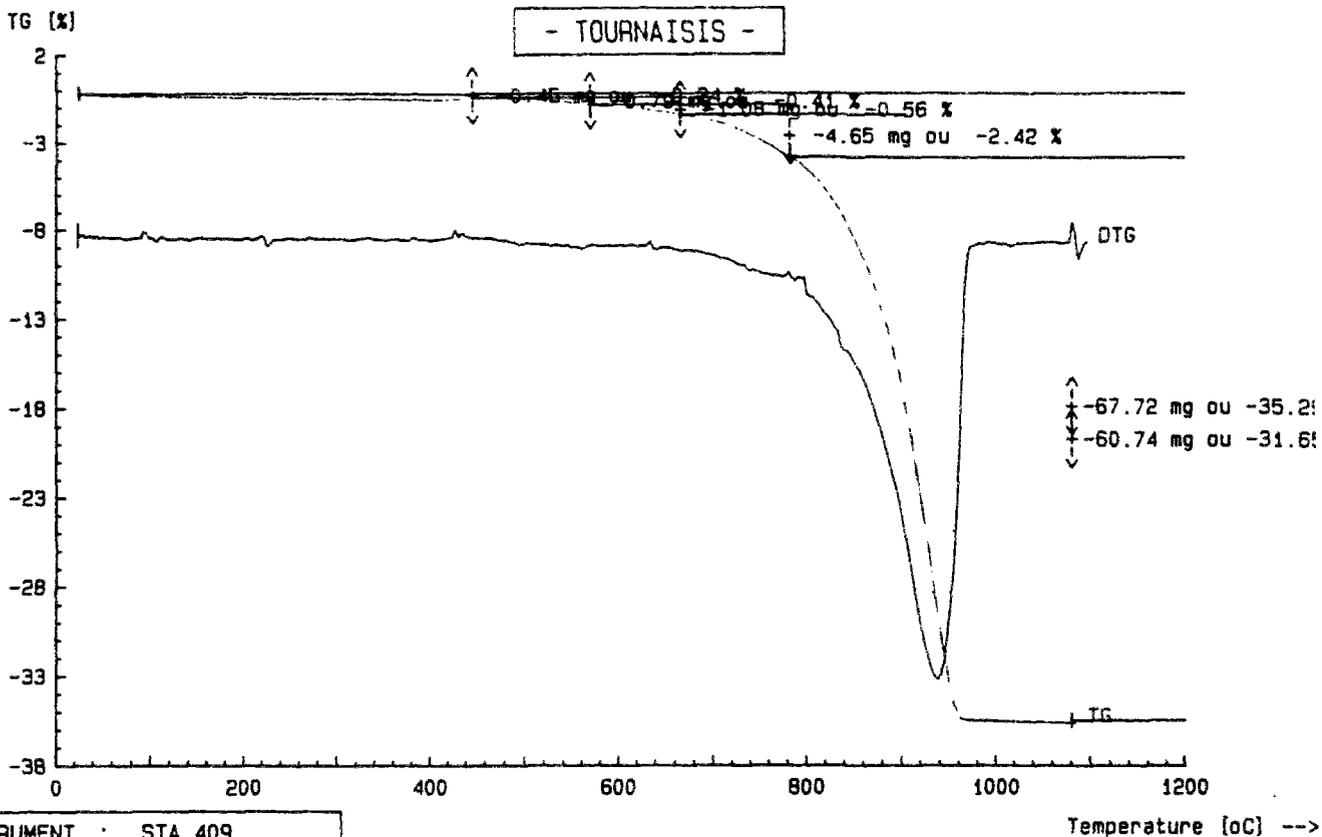
ANALYSES THERMIQUES DIFFÉRENTIELLES

<i>Résultats (en %)</i>	Calcite	Dolomite	Pyrite	kaolinite
Tournaisis	x	x	x	?
Spratt clair	x	x	x	-
Spratt foncé	x	x	x	-
Spratt mélange 1	x	x	x	-
Spratt mélange 2	x	x	x	-
Spratt mélange 3	x	x	x	-

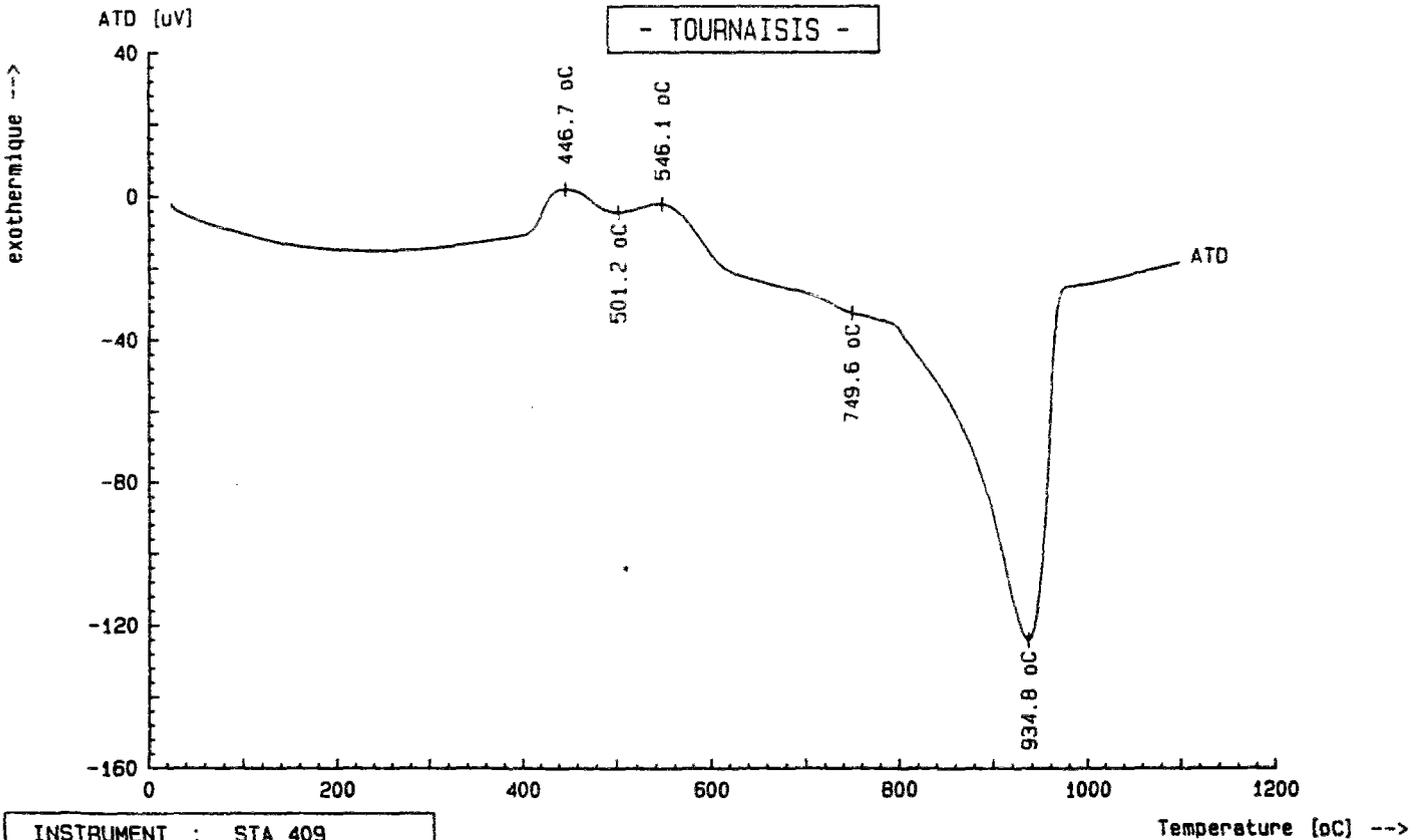
x : présence

- : absence

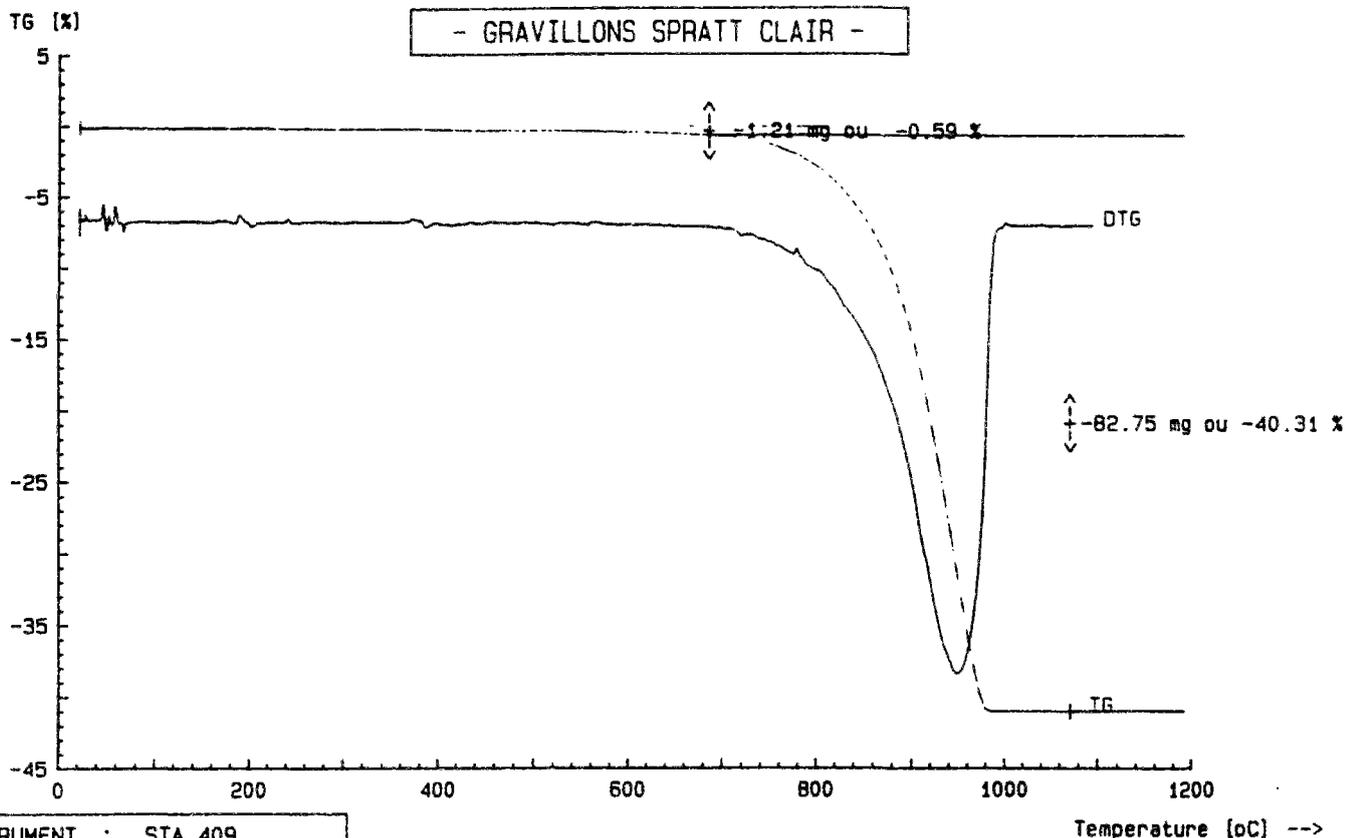
? : présence incertaine



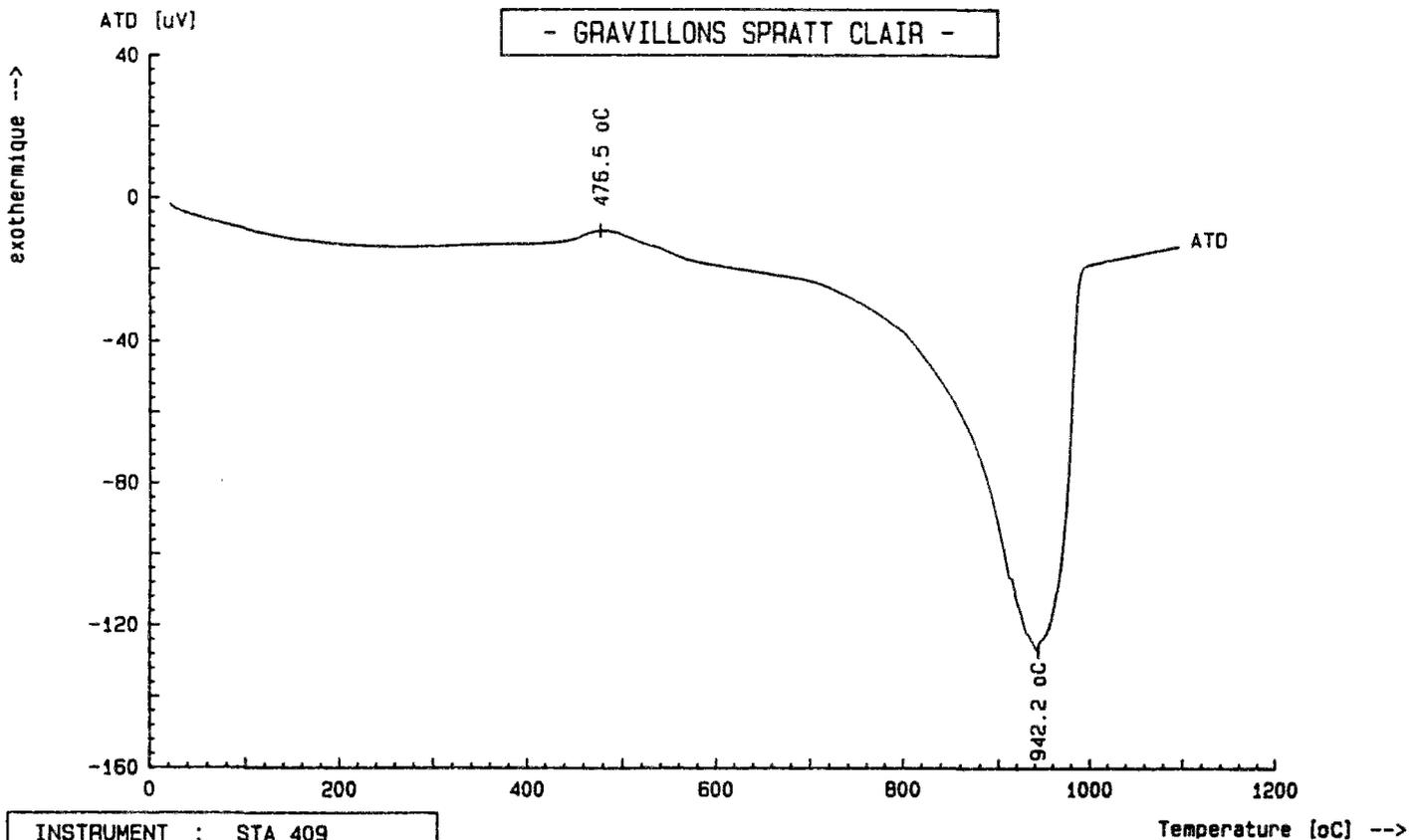
INSTRUMENT : STA 409		Temperature [°C] -->			
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: TOURNAISIS	191.9 mg	CALIBRE: ATD	50.0 uV	
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG	100.0 mg	
No. IDENTITE: 93108-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG	500.0 uV (5)	
DATE : 17/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. K1)			



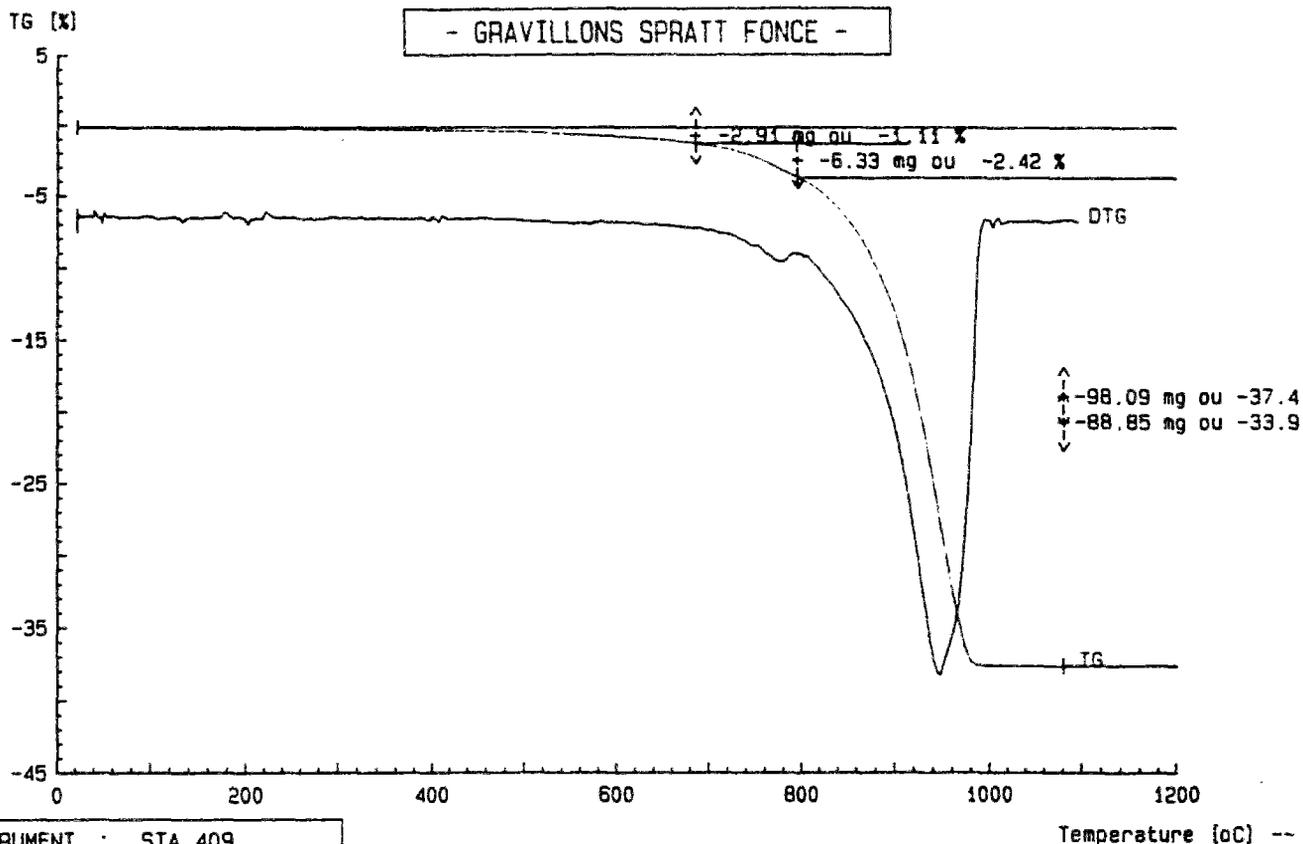
INSTRUMENT : STA 409		Temperature [°C] -->			
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: TOURNAISIS	191.9 mg	CALIBRE: ATD	50.0 uV	
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG	100.0 mg	
No. IDENTITE: 93108-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG	500.0 uV (5)	
DATE : 17/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. 0)			



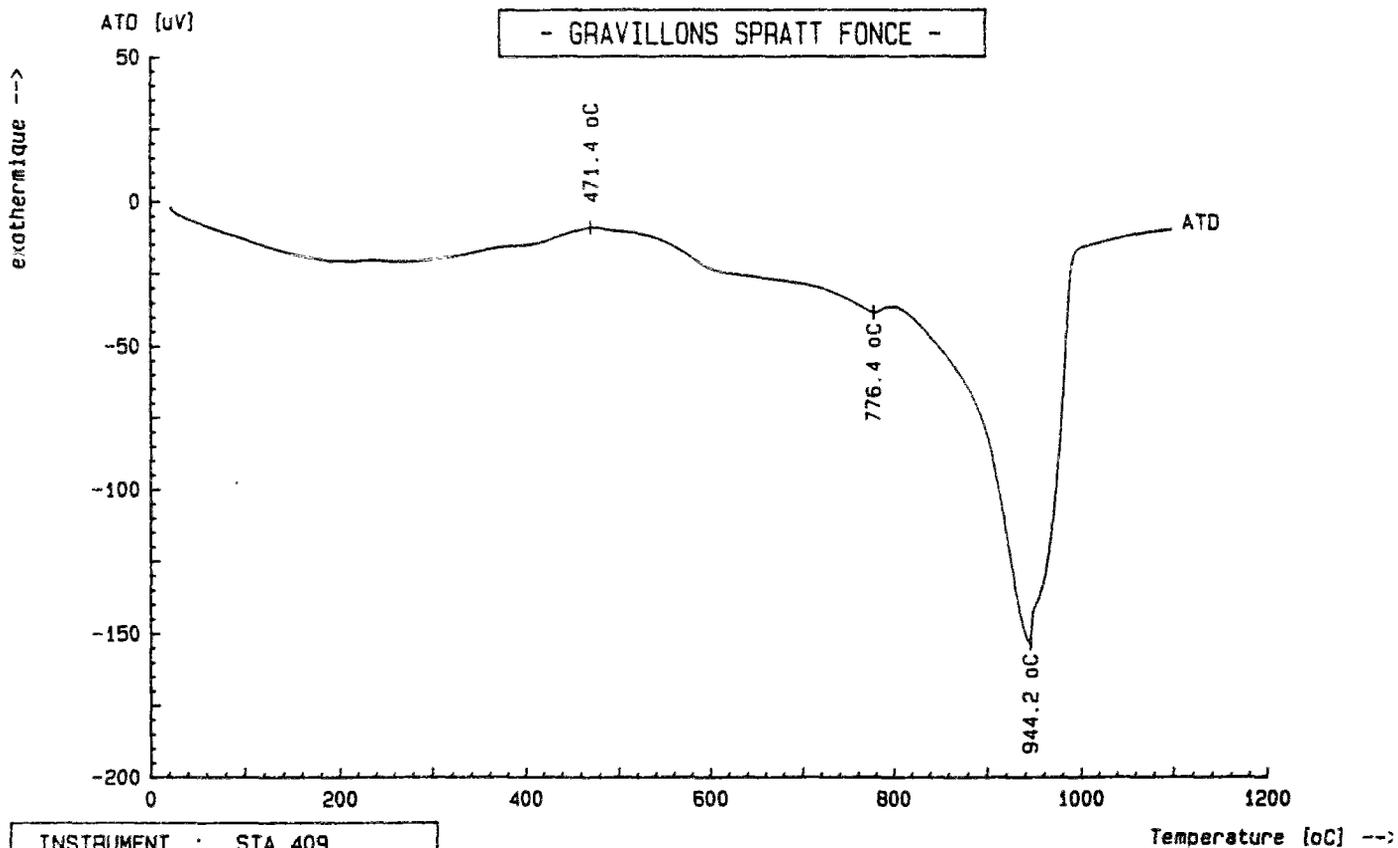
INSTRUMENT : STA 409			
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	205.3 mg	CALIBRE: ATD 50.0 uV
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG 100.0 mg
No. IDENTITE: 93107-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG 500.0 uV (5)
DATE : 15/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. Ki)	



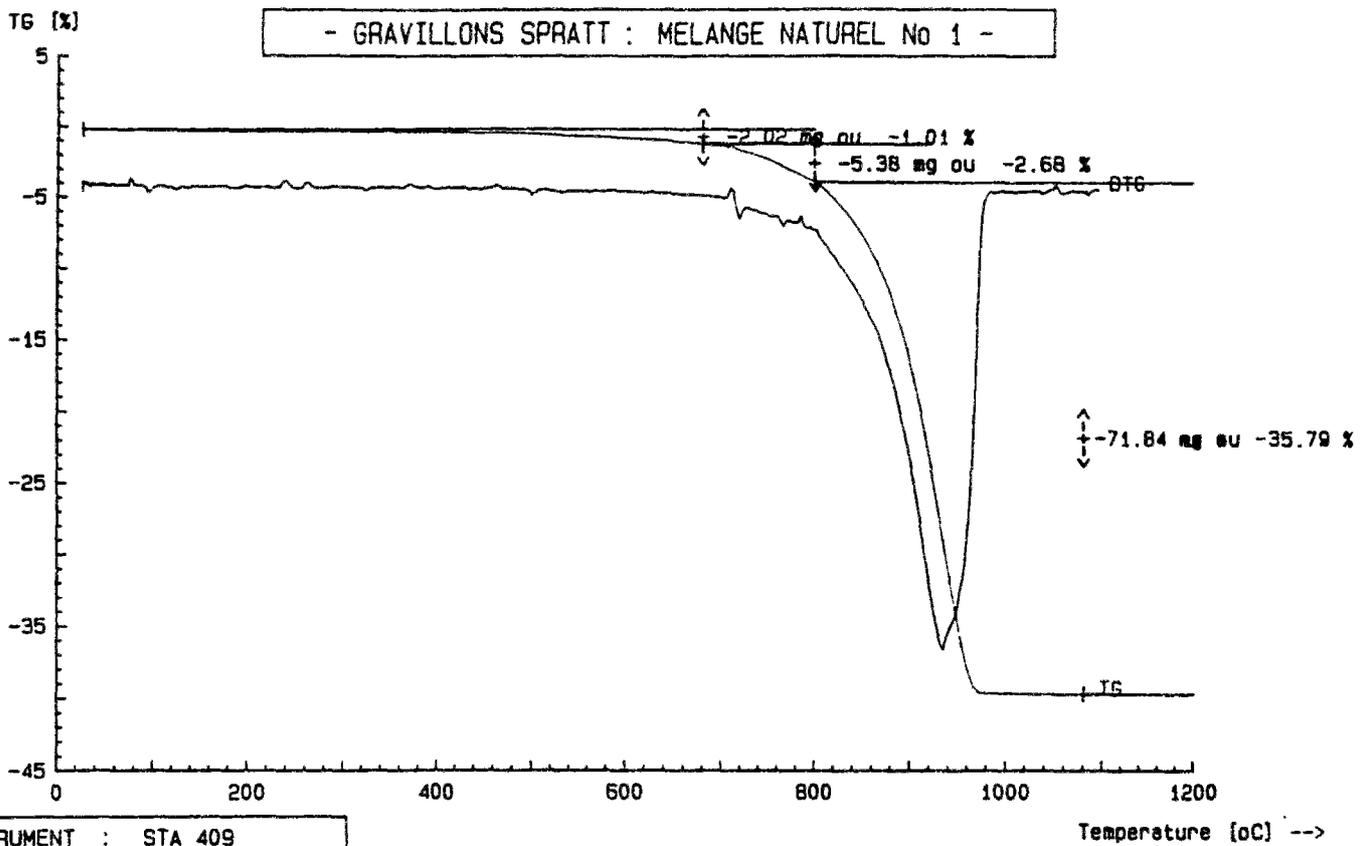
INSTRUMENT : STA 409			
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	205.3 mg	CALIBRE: ATD 50.0 uV
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG 100.0 mg
No. IDENTITE: 93107-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG 500.0 uV (5)
DATE : 15/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. 0)	



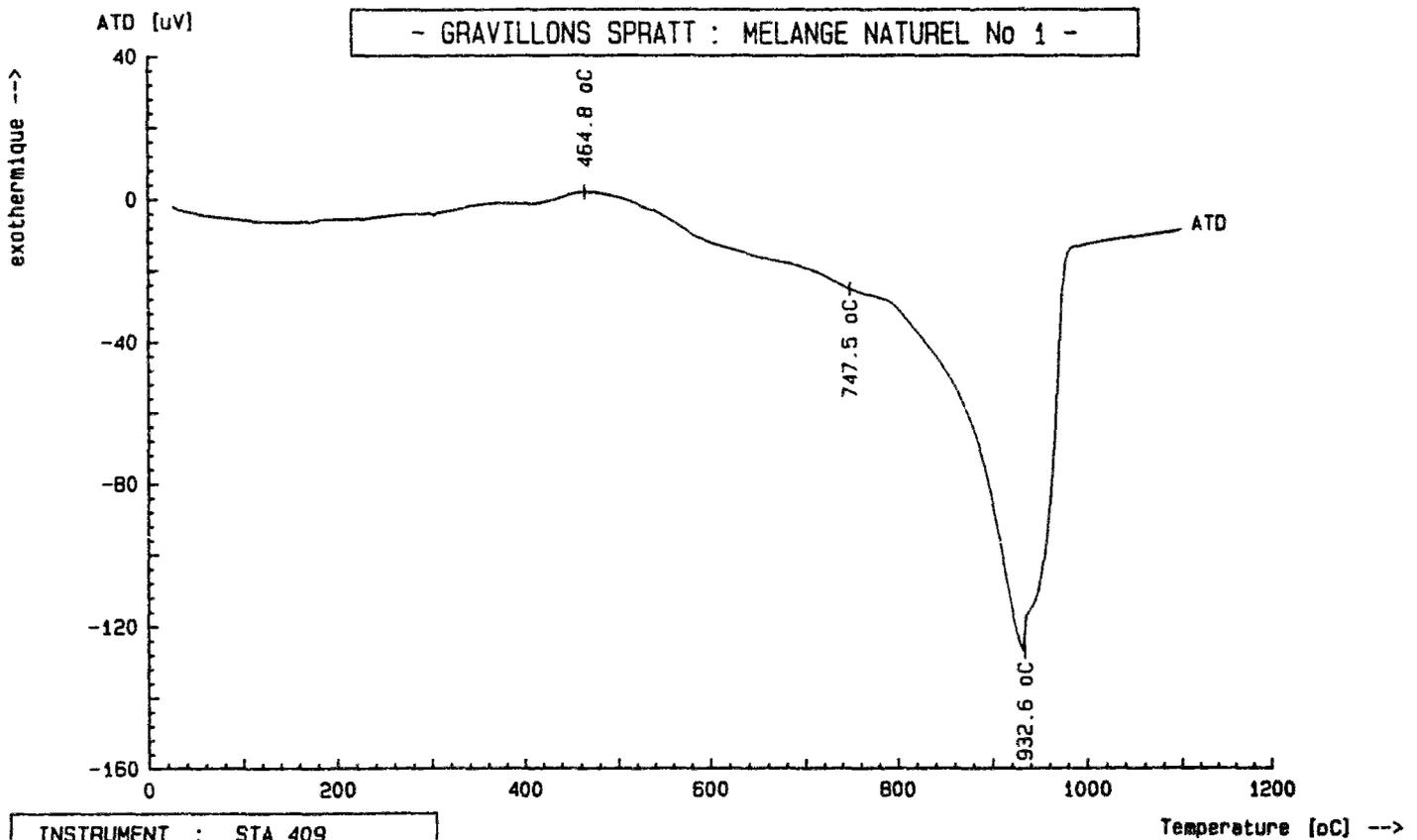
INSTRUMENT : STA 409		Temperature [°C] --			
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	261.8 mg	CALIBRE: ATD	50.0 μ V	
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG	100.0 mg	
No. IDENTITE: 93106-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG	500.0 μ V (5)	
DATE : 14/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. K1)			



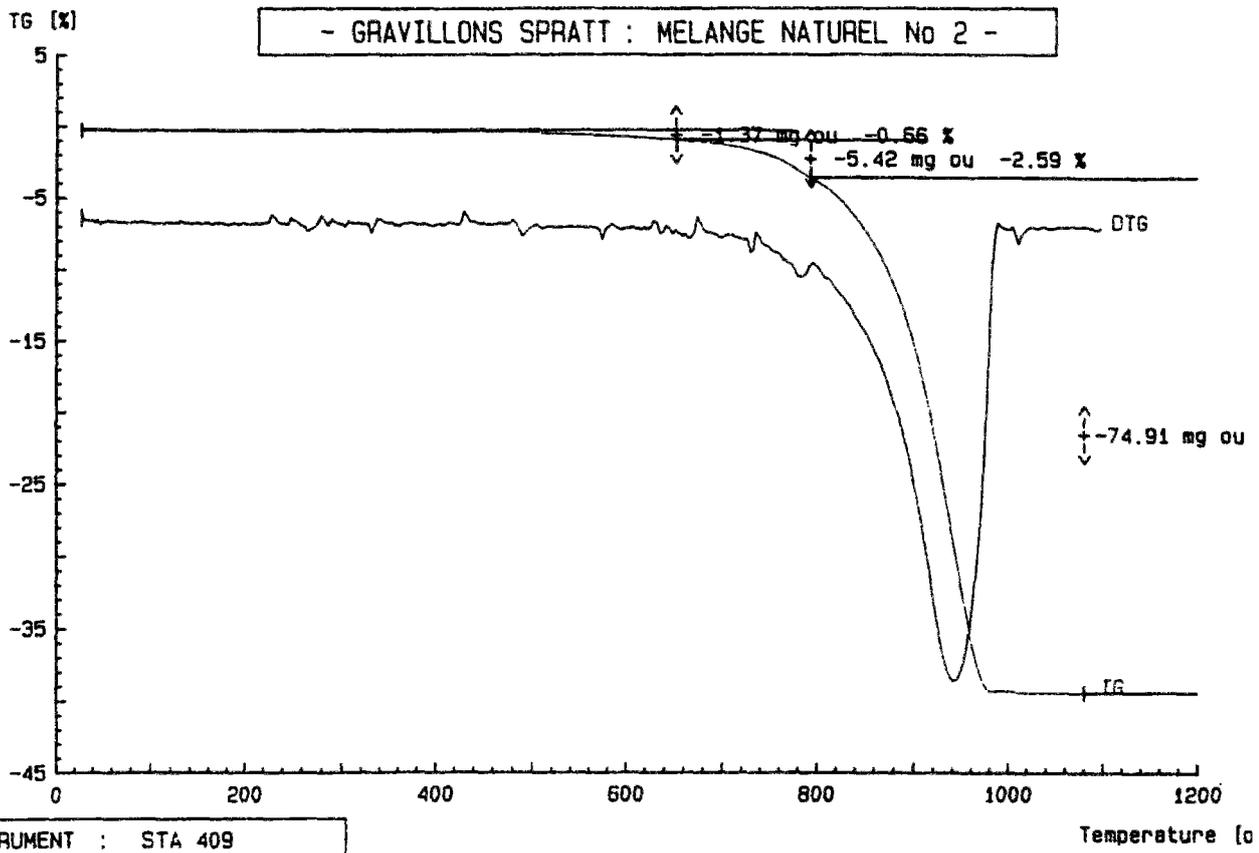
INSTRUMENT : STA 409		Temperature [°C] -->			
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	261.8 mg	CALIBRE: ATD	50.0 μ V	
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG	100.0 mg	
No. IDENTITE: 93106-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG	500.0 μ V (5)	
DATE : 14/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. 0)			



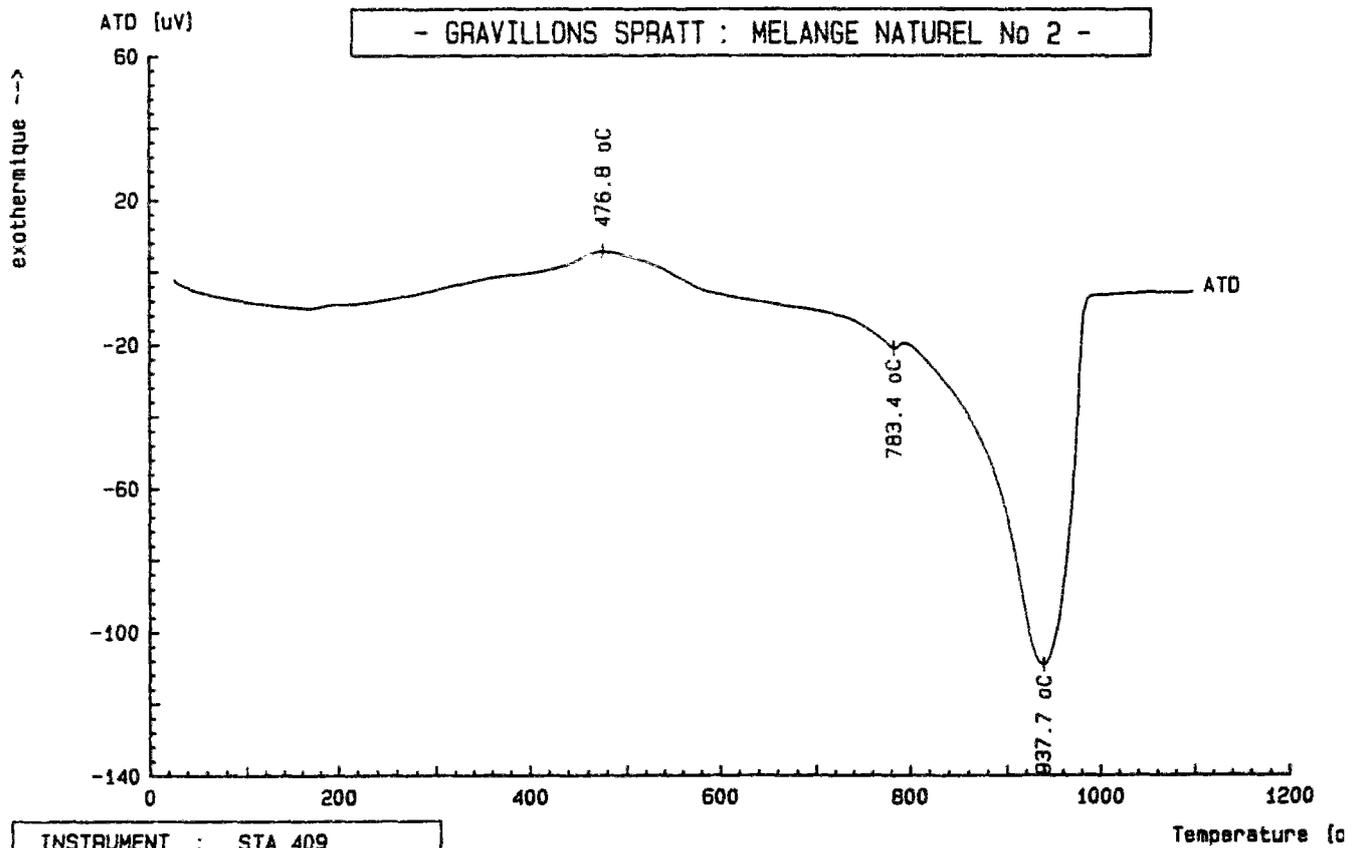
INSTRUMENT : STA 409			
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	200.7 mg	CALIBRE: ATD 50.0 uV
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG 100.0 mg
No. IDENTITE: 93110-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG 500.0 uV (5)
DATE : 22/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. K1)	



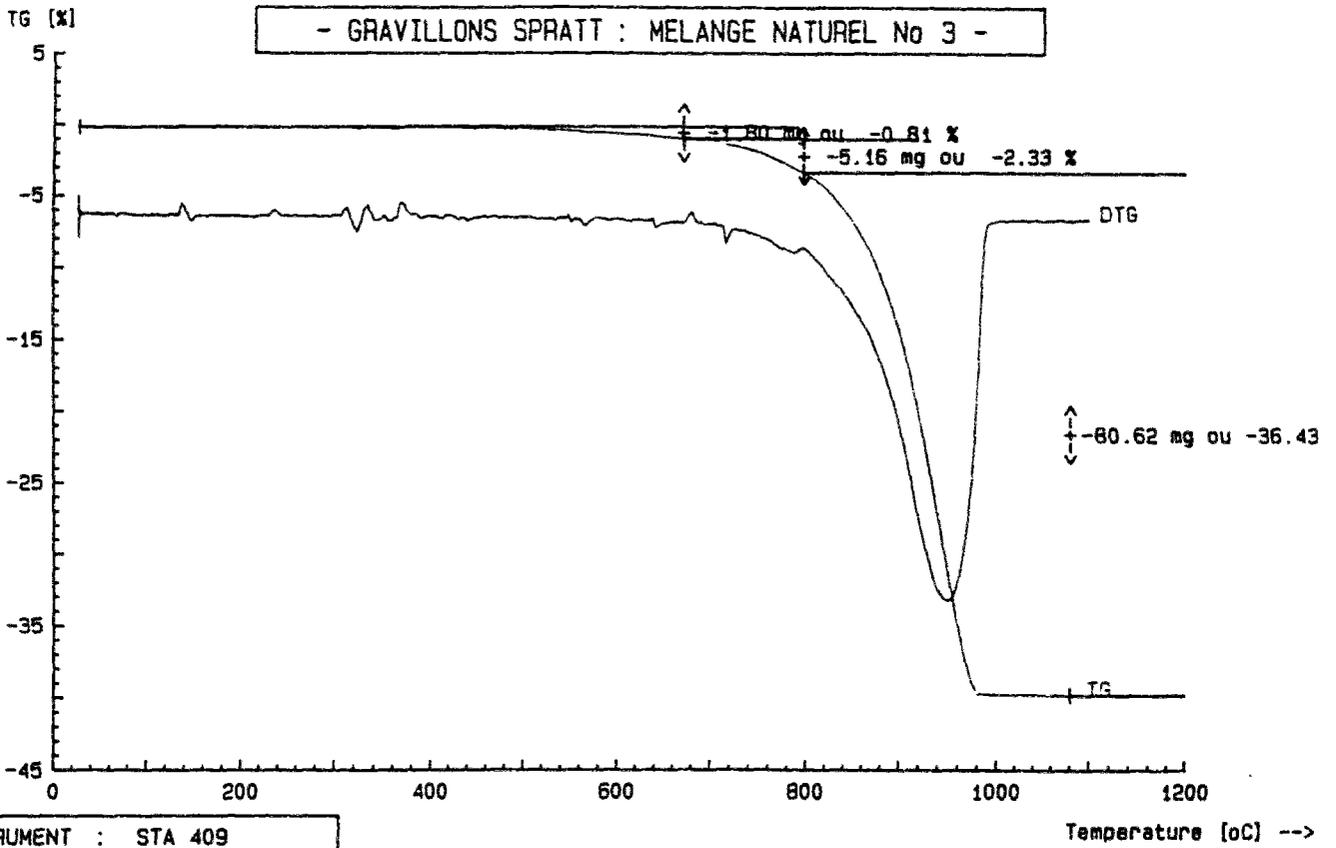
INSTRUMENT : STA 409			
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	200.7 mg	CALIBRE: ATD 50.0 uV
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG 100.0 mg
No. IDENTITE: 93110-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG 500.0 uV (5)
DATE : 22/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. 0)	



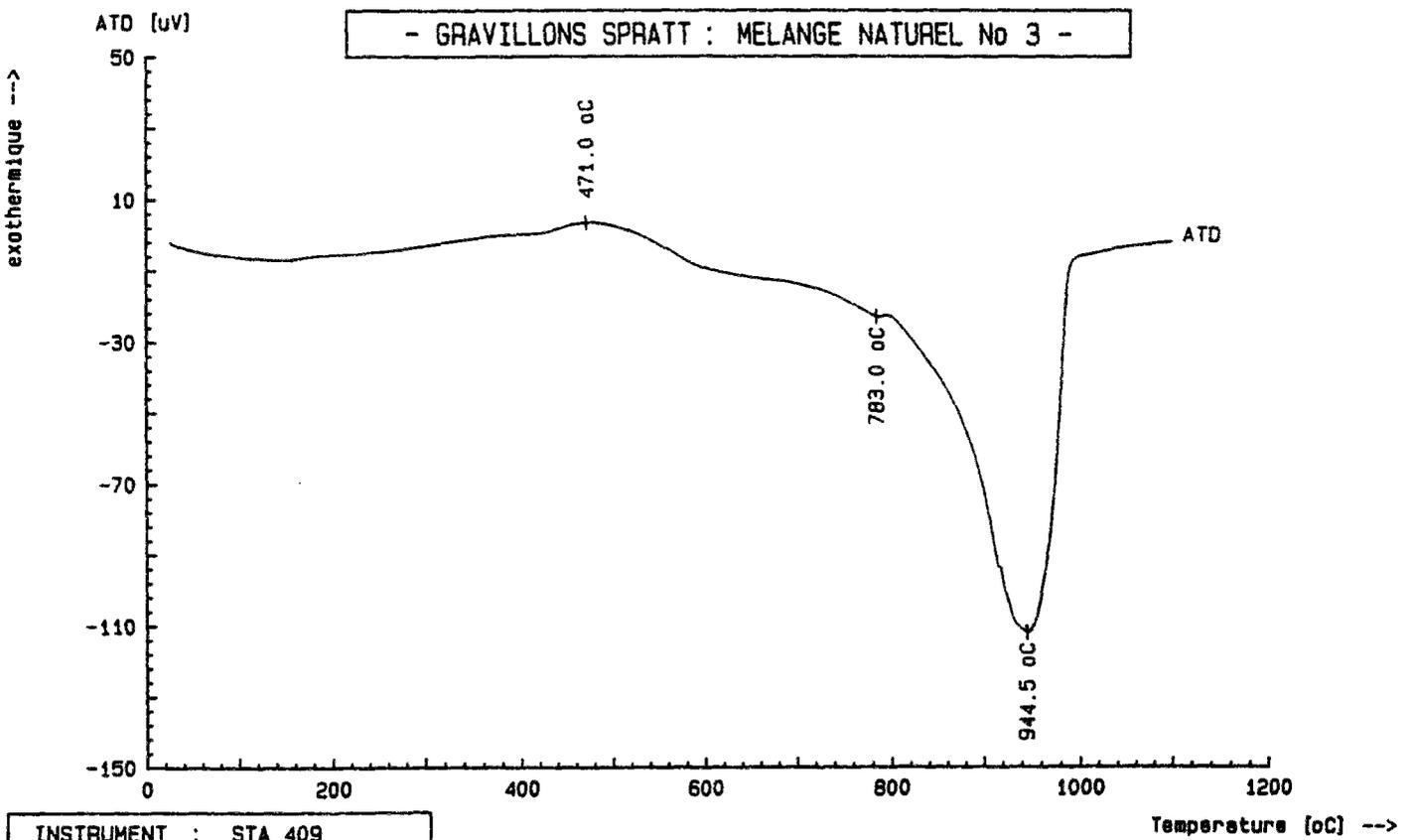
INSTRUMENT : STA 409		Temperature (°C)	
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	208.9 mg	CALIBRE: ATD 50.0 μ V
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG 100.0 mg
No. IDENTITE: 93111-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG 500.0 μ V
DATE : 28/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. K)	



INSTRUMENT : STA 409		Temperature (°C)	
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	208.9 mg	CALIBRE: ATD 50.0 μ V
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG 100.0 mg
No. IDENTITE: 93111-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG 500.0 μ V
DATE : 28/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. K)	



INSTRUMENT : STA 409		Temperature [°C] -->		
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	221.3 mg	CALIBRE: ATD	50.0 μ V
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG	100.0 mg
No. IDENTITE: 93113-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG	500.0 μ V (5)
DATE : 29/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. K1)		



INSTRUMENT : STA 409		Temperature [°C] -->		
LABORATOIRE : LCPC-12 C 93	ECHANTILLON: GRAVILLONS	221.3 mg	CALIBRE: ATD	50.0 μ V
OPERATEUR : MA	REFERENCE : KAOLIN	227.4 mg	CALIBRE: TG	100.0 mg
No. IDENTITE: 93113-146033	ATMOSPHERE : AIR	80.0 ccm/min	CALIBRE: DTG	500.0 μ V (5)
DATE : 29/06/93	CREUSET : Pt	--> SEGMENT 1 / (10.0 K/min Corr. 0)		

IV. DIFFRACTOMÉTRIE DES RAYONS X⁴

Les analyses diffractométriques sont effectuées sur le diffractomètre PHILIPS PW 1830 avec le rayonnement $K\alpha$ du cobalt et un compteur proportionnel.

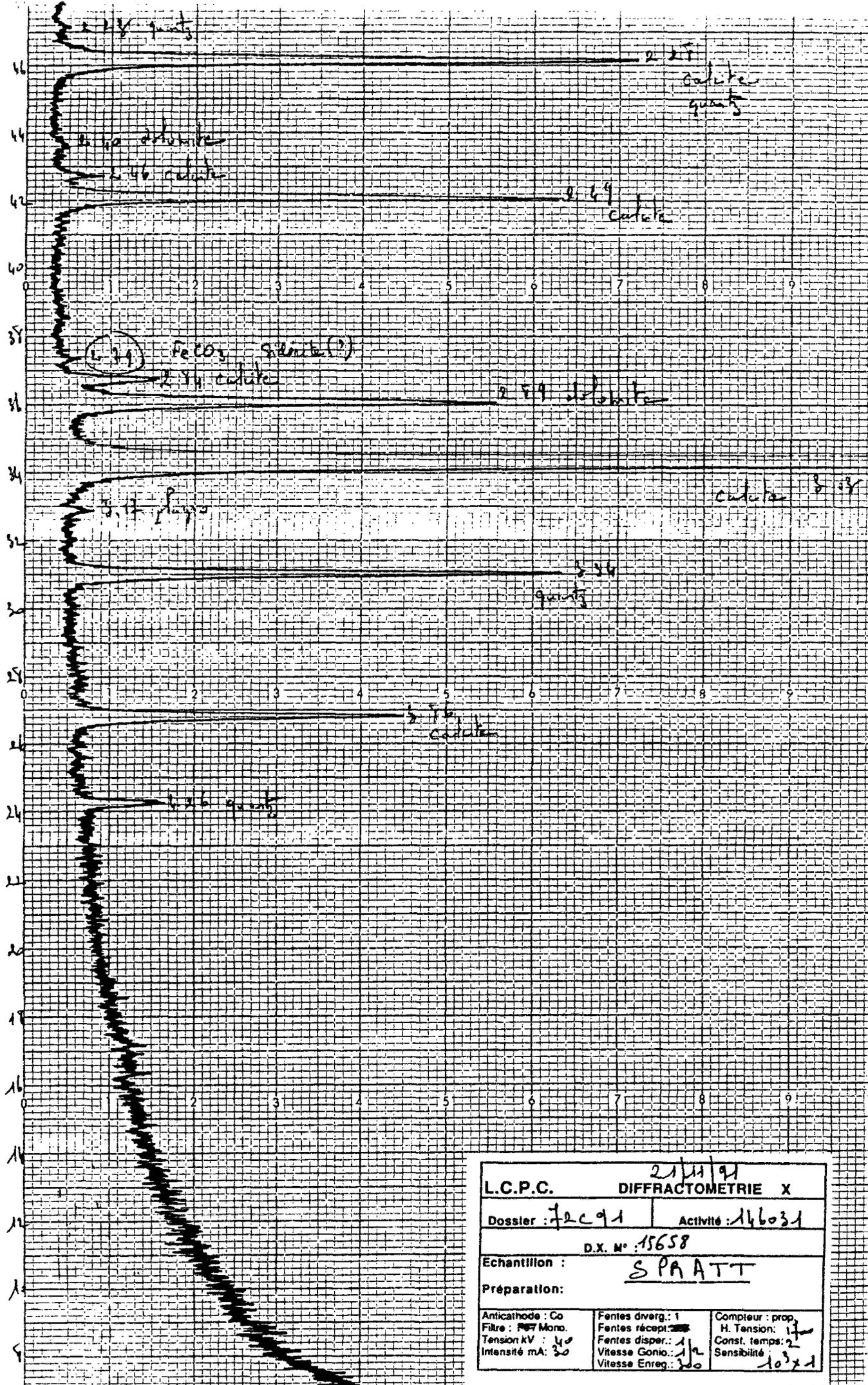
Elles sont effectuées entre 6 et 68° / 2 θ sur les échantillons bruts broyés jusqu'à passage sans refus sur un tamis à 315 micromètres.

Chaque diagramme obtenu est traité informatiquement à l'aide d'un ensemble de logiciels LPC basés sur les programmes de Goehner et Garbaskas et utilisant la base de données JCPDS.

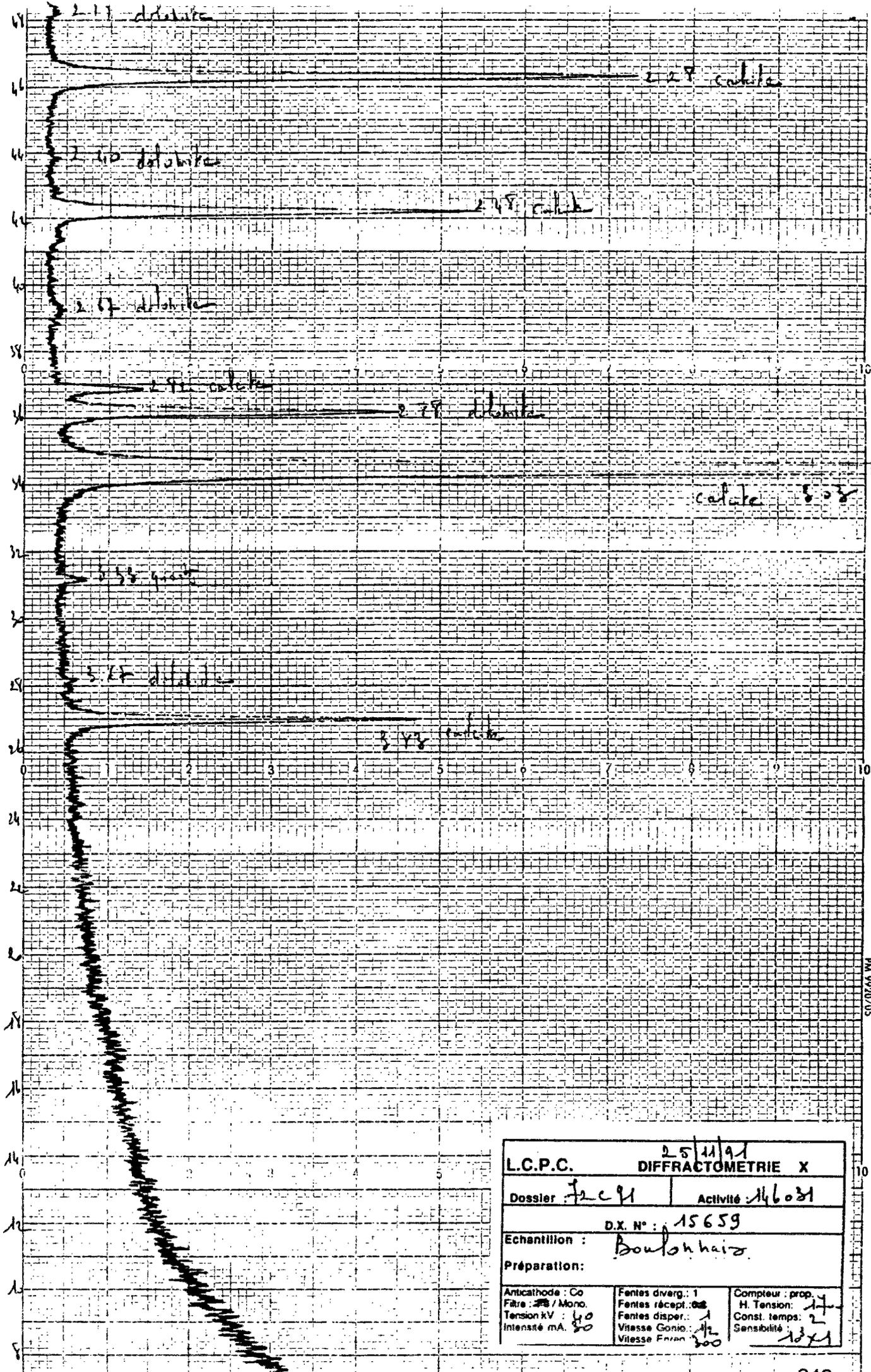
	Chlorite	Micacés	Quartz	Plagioclases	Calcite	Dolomite	Sidérite	Pyrite
Spratt			xx	tr	xxxx	xx	tr(?)	
Boulonnais			tr		xxxx	xx		
Tournaisis brut		tr	xxx		xxxx	x		
Tournaisis décarbonaté	tr	x	xxxx	xx	x	xxxx		tr

?	Présence incertaine
tr	Traces
x	Faible quantité
xx	Moyenne quantité
xxx	Forte quantité
xxxx	Très forte quantité

⁴ G. Platret. Section de comportement physico-chimique des Matériaux, LCPC.



L.C.P.C. 21/11/91		DIFFRACTOMETRIE X	
Dossier : 72091		Activité : 146031	
D.X. n° : 15658			
Echantillon : <u>S P A T T</u>			
Préparation :			
Anticathode : Co	Fentes diverg. : 1	Compteur : prop.	
Filtre : Mo Mono	Fentes récept. : 3	H. Tension : 12	
Tension kV : 40	Fentes disper. : 1	Const. temps : 2	
Intensité mA : 30	Vitesse Conio. : 1/2	Sensibilité	
	Vitesse Enreg. : 300	10 ³ x 1	

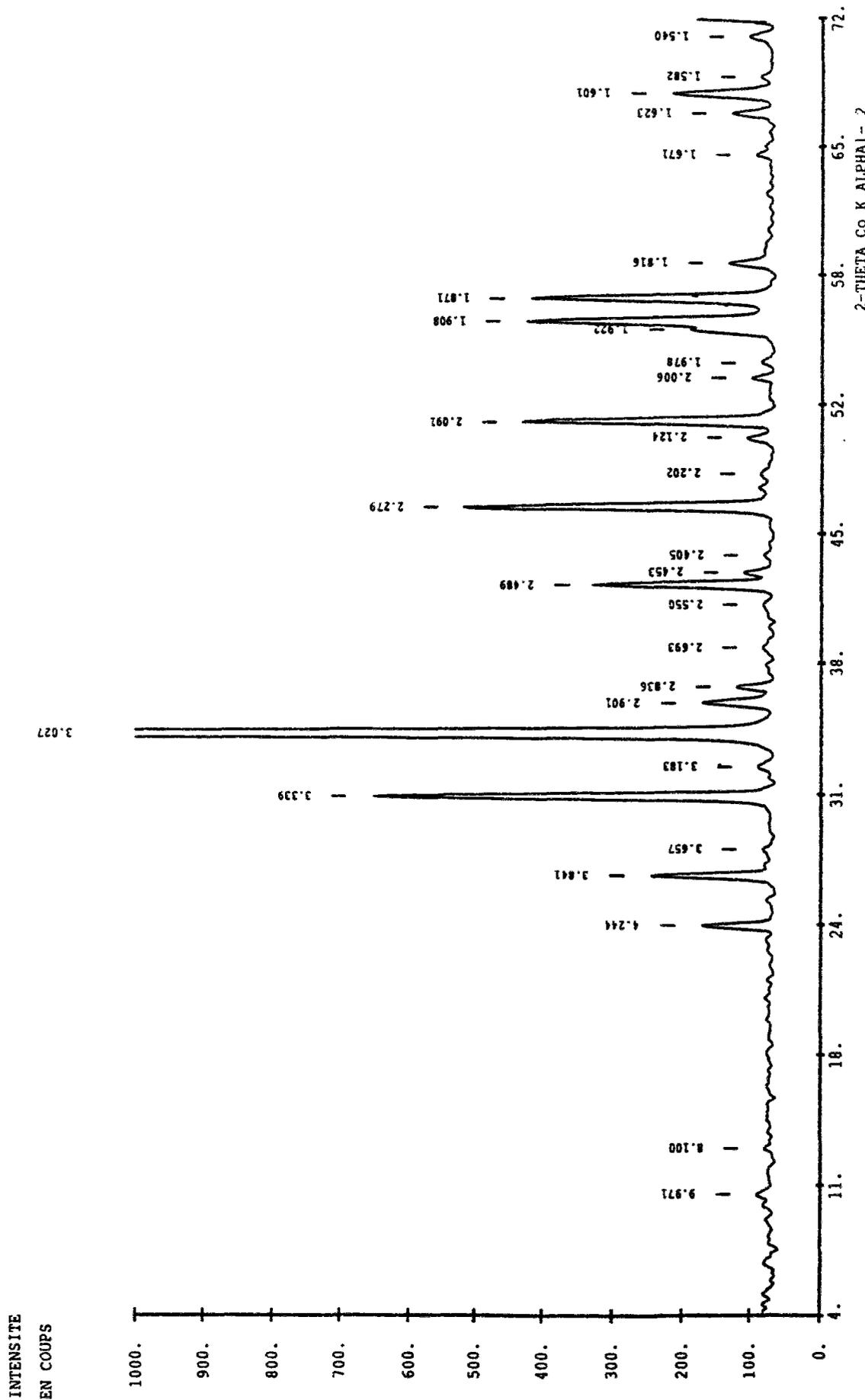


L.C.P.C.		25/11/91	
		DIFFRACTOMETRIE X	
Dossier: J2C91		Activité: 146031	
Echantillon: D.X. N°: 15659			
Préparation: Boulon hairs			
Anticathode: Co	Fentes diverg.: 1	Compteur: prop.	
Filtre: 238 / Mono.	Fentes récept.: 0.5	H. Tension: 17	
Tension kV: 40	Fentes disper.: 1	Const. temps: 2	
Intensité mA: 80	Vitesse Conio: 1/2	Sensibilité: 10x1	
	Vitesse Fren: 300		



DIAGRAMME DE DIFFRACTION X

DX93244 14/6/93 PHILIPS PW 1729 TENSION KV : 30 Fentes recept: 0.2
12 C 93 146033 ANTICATHODE : Co Intensite mA : 30 Compteur proportion.
TOURNAISIS FILTRE : Fe Fentes diverg: 1 Pas 0.05 degre
Fente de disp. : 1 Comptage 2 secondes



DX93244 14/6/93 --12 C 93 146033 --TOURNAISIS

3, 586	CA C O3	CALCIUM CARBONATE / CALCITE, SYN
33,1161	SI O2	SILICON OXIDE / QUARTZ, SYN
36, 426	CA MG (C O3)2	CALCIUM MAGNESIUM CARBONATE / DOLOMITE
7, 42	(K NA) (AL MG FE)2 (SI3)1 AL	POTASSIUM ALUMINIUM SILICATE HYDROXIDE / MUSCOVITE-3T
22,1453	NA2 FE5 TI SI6 O20	SODIUM IRON TITANIUM SILICATE / AENIGMATITE, SYN

ERREUR (DEG) : 0.300

D	I/I1	5- 586	33-1161	36- 426	7- 42	22-1453
9.971	4				9.969 100	
8.100	3					8.091 100
4.244	7		4.257 22			4.200 40
3.841	10	3.860 12			3.873 10	
3.657	3			3.699 4		3.700 50
3.339	27		3.342 100		3.331 100	3.350 40
3.183	4					3.150 100
3.027	100	3.035 100				3.050 10
2.901	7			2.888 100	2.884 16	
2.836	5	2.845 3				
2.693	3			2.670 4		2.700 80
2.550	3			2.539 3	2.564 25	2.542 80
2.489	13	2.495 14			2.499 12	
2.453	4		2.457 8		2.457 8	2.461 20
2.405	3			2.404 7		2.412 60
2.279	21	2.285 18	2.282 8			
2.202	3			2.193 19	2.197 4	2.193 10
2.124	4		2.127 6		2.136 12	2.118 70
2.091	18	2.095 18				2.085 20
2.006	4			2.015 10	1.999 45	2.010 50
1.978	3		1.979 4		1.966 8	
1.922	8	1.927 5				
1.908	17	1.913 17				1.910 20
1.871	17	1.875 17				1.867 20
1.816	5		1.818 14			1.809 40
1.671	4		1.672 4			1.678 40
1.623	5	1.626 4				1.620 60
1.601	9	1.604 8	1.608 1			
1.582	4	1.587 2				1.587 20
1.540	4		1.542 9	1.545 4		

RAIES MANQUANTES

1.525	5	1.372 8	1.787 13	4.990 55	2.934 70
1.440	5	1.375 7	1.805 10	4.490 20	1.465 60
1.518	4	1.382 6	2.065 3	4.460 20	1.729 50
1.045	4	2.237 4	1.847 3	2.589 16	1.480 50
0.964	4	1.184 3	1.780 2	1.502 12	4.820 40
1.510	3	1.180 3	1.567 2	3.110 10	4.400 40
1.422	3	1.659 2	1.465 2	1.654 10	3.480 40
1.180	3	1.288 2	1.443 2	3.596 8	2.752 40
1.154	3	1.256 2	1.388 2	2.384 8	7.429 20
1.047	3	1.200 2	4.033 1	2.254 6	6.370 20
0.977	3	1.081 2	1.746 1	1.521 6	2.347 20
1.473	2	1.802 1	1.496 1	2.222 4	2.302 20
1.339	2	1.454 1	1.431 1	2.056 4	2.066 20
1.297	2	1.419 1	1.413 1	1.638 4	1.611 20
1.235	2	1.229 1	1.344 1	1.614 4	1.495 20

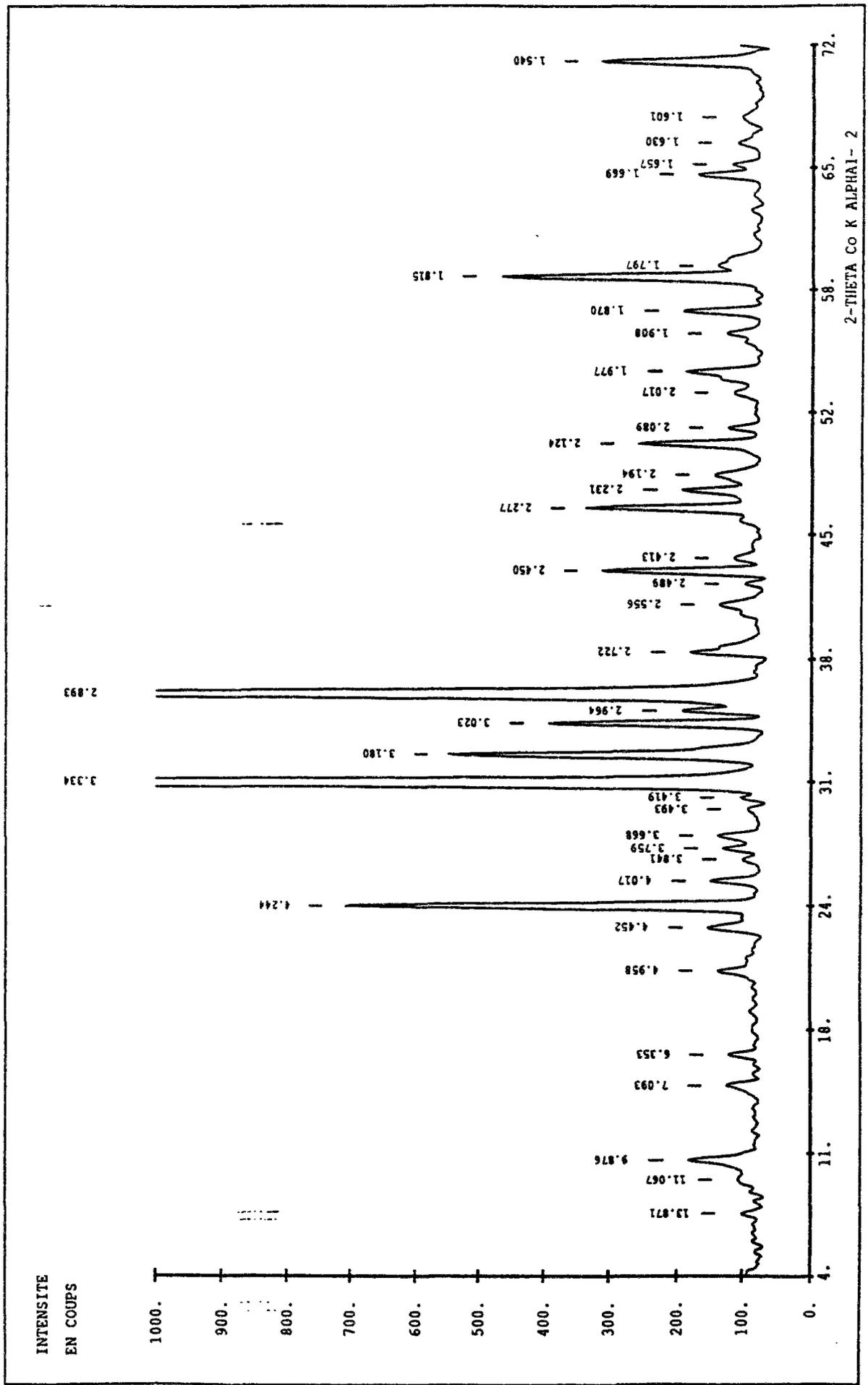
RAIES SUPERPOSEES

2.006	1				1.630 20
1.540	1				



DIAGRAMME DE DIFFRACTION X

DX93248 16/6/93 PHILIPS PW 1729 TENSION KV : 30 Fentes receptr: 0.2
12 C 93 146033 ANTICATHODE : Co Intensite mA : 30 Compteur proportion.
TOURNAISIS DECARBON FILTRE : Fe Fentes diverg: 1 Pas 0.05 degre
Fente de disp. : 1 Comptage 2 secondes



DX93248 16/6/93 --12 C 93 146033 --TOURNAISIS DECARBON

33,1161	SI O2	SILICON OXIDE / QUARTZ, SYN
5, 586	CA C O3	CALCIUM CARBONATE / CALCITE, SYN
36, 426	CA MG (C O3)2	CALCIUM MAGNESIUM CARBONATE / DOLOMITE
7, 42	(K NA) (AL MG FE)2 (SI3 .1 AL	POTASSIUM ALUMINUM SILICATE HYDROXIDE / MUSCOVITE-3T
7, 78	(MG FE AL)6 (SI AL)4 O10 (O H	MAG IRON ALUMINUM SILICATE HYDROXIDE / CLINOCHLORE-1M11B, FE
26, 911	(K H3 O) AL2 SI3 AL O10 (O H)2	POTASSIUM ALUMINUM SILICATE HYDROXIDE / ILLITE-2M1
20, 572	NA AL SI3 O8	SODIUM ALUMINUM SILICATE / ALBITE, ORDERED
6, 710	FE S2	IRON SULFIDE / PYRITE, SYN

ERREUR(DEG):0.300

D	I/T1	33-1161	5- 586	36- 426	7- 42	7- 78	26- 911	20- 572	6- 710
13.871	3					14.103 90			
11.067	3	##							
9.876	5				9.969 100		10.001 90		
7.093	4					7.070 100			
6.353	3							6.445 16	
4.958	4				4.990 55		5.020 50		
4.452	4				4.490 20		4.480 16		
4.244	20	4.257 22							
4.017	4			4.033 1				4.032 84	
3.841	3		3.860 12		3.873 10		3.890 8	3.884 20	
3.759	4						3.720 12	3.752 61	
3.668	4			3.699 4				3.625 28	
3.493	3						3.460 14	3.472 8	
3.419	3							3.422 3	
3.334	100	3.342 100			3.331 100		3.340 100	3.368 15	
3.180	16						3.200 16	3.212 100	
3.023	11		3.035 100					3.016 14	
2.964	6						2.988 18	2.949 19	
2.893	46			2.888 100	2.884 16		2.867 12	2.911 10	
2.722	5								2.709 85
2.556	4			2.539 3	2.564 25	2.576 30	2.558 12		
2.489	3		2.495 14		2.499 12		2.509 8	2.507 15	
2.450	9	2.457 8			2.457 8	2.434 30	2.463 8	2.455 4	
2.413	3			2.404 7				2.417 3	2.423 65
2.277	10	2.282 8	2.285 18					2.280 6	
2.231	6	2.237 4			2.222 4		2.241 4		
2.194	4			2.193 19	2.197 4				
2.124	7	2.127 6			2.136 12			2.121 10	
2.089	4		2.095 18					2.093 3	
2.017	3			2.015 10			2.005 50	2.016 3	
1.977	5	1.979 4			1.966 8			1.989 5	
1.908	4		1.913 17						1.916 40
1.870	6		1.875 17			1.878 10		1.875 8	
1.815	14	1.818 14				1.818 5		1.820 11	
1.797	4	1.802 1		1.805 10				1.794 7	
1.669	5	1.672 4							
1.657	3	1.659 2			1.654 10	1.660 5		1.651 3	
1.630	3		1.626 4						1.633 100
1.601	3	1.608 1	1.604 8						
1.540	9	1.542 9		1.545 4				1.540 3	

RAIES MANQUANTES

1.372	8	1.927 5	1.787 13	1.999 45	3.541 60	1.499 14	3.127 30	2.212 50
1.375	7	1.525 5	2.670 4	2.589 16	4.726 30	2.799 12	2.514 23	3.128 35
1.382	6	1.440 5	2.065 3	1.502 12	2.845 30		2.835 17	1.445 25
1.384	3	1.518 4	1.847 3	3.110 10	2.529 30		2.929 15	1.043 25
1.180	3	1.045 4	1.780 2	3.596 8	1.532 30		1.779 14	1.503 20
1.288	2	0.964 4	1.567 2	2.384 8	4.570 20		1.827 11	0.903 16
1.256	2	2.645 3	1.465 2	2.254 6	2.371 20		2.142 8	1.564 14
1.200	2	1.510 3	1.443 2	1.521 6	1.998 20		1.847 8	1.211 14
1.081	2	1.422 3	1.388 2	2.056 4	2.642 10		2.656 7	1.243 12
1.454	1	1.180 3	1.746 1	1.638 4	2.254 10		1.921 7	0.958 12
1.419	1	1.154 3	1.496 1	1.614 4	1.563 10		5.822 6	1.182 8
1.229	1	1.047 3	1.431 1	1.885 2	1.497 10		2.815 6	1.006 8
1.198	1	0.977 3	1.413 1	1.551 2	1.392 10		2.371 6	0.879 8
1.153	1	1.587 2	1.344 1		2.062 5		1.477 6	0.856 8
1.146	1	1.473 2	1.335 1		1.745 5		1.349 6	1.155 6

RAIES SUPERPOSEES

2.006	1	4.460 20		4.440 14	3.178 88
1.540	1				6.356 4
					2.435 3
					2.407 3
					2.268 3

V. ANALYSES MINÉRALOGIQUES⁵

- 1. Sable du Tournaisis**
- 2. Gravillons du Tournaisis**
- 3. Calcaire de Spratt**

⁵ F. X. Deloye, Service Physico-Chimie des Matériaux, LCPC.

LE 25 NOVEMBRE 1991

ANALYSE MINÉRALOGIQUE NUMERO : 1058

REFERENCE : 146031.92

 *
 * TOURNAISIS 0/5 *
 *

ROCHE - GRANULAT

ANALYSE INITIALE +----1---->	17.77	1.73	0.09	0.79	41.92	1.11	0.38	0.56	0.22	0.00	0.31	0.00	32.82	0.38	1.51
TOTAL : 99.59															

* COMPOSITION MINÉRALOGIQUE *															

: ANATASE - RUTILE 0.09 :	17.77	1.73	0.00	0.79	41.92	1.11	0.38	0.56	0.22	0.00	0.31	0.00	32.82	0.38	1.51
: PYRITE 0.58 :	17.77	1.73	0.00	0.40	41.92	1.11	0.38	0.56	0.22	0.00	0.00	0.00	32.82	0.38	1.51
: ANHYDRITE 0.37 :	17.77	1.73	0.00	0.40	41.77	1.11	0.38	0.56	0.00	0.00	0.00	0.00	32.82	0.38	1.51
: FELDSPATH ALBITE 3.21 :	15.56	1.10	0.00	0.40	41.77	1.11	0.00	0.56	0.00	0.00	0.00	0.00	32.82	0.38	1.51
: FELDSPATH ORTHOSE 3.31 :	13.42	0.50	0.00	0.40	41.77	1.11	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	32.82	0.38	1.51
: MICA BIOTITE (FB) 0.86 :	13.12	0.41	0.00	0.00	41.77	1.11	0.00	-0.08	0.00	0.00	0.00	0.00	32.82	0.35	1.51
: MONTMORILLONITE 1.91 :	11.83	0.00	0.00	0.00	41.77	1.00	0.00	-0.08	0.00	0.00	0.00	0.00	32.82	0.25	1.51
: DOLOMITE 4.61 :	11.83	0.00	0.00	0.00	40.36	0.00	0.00	-0.08	0.00	0.00	0.00	0.00	30.61	0.25	1.51
: CALCITE 72.08 :	11.83	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.08	0.00	0.00	0.00	0.00	-1.10	0.25	1.51
: QUARTZ 11.83 :	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.08	0.00	0.00	0.00	0.00	-1.10	0.25	1.51
: EAU BASSE TEMPER. 1.51 :															

* BILAN ET BALANCES 100.36 *	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.08	0.00	0.00	0.00	0.00	-1.10	0.25	0.00

	SI02	AL2O3	TiO2	FE2O3	CAO	MGO	NA2O	K2O	SO3	CL-	S--	INS.	CO2	H2OBT	H2OBT
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15

CODE - 51 3 0 - 18 11 0 - 26 9 0 - 5 7 0 - 4 8 0 - 9 4 0 - 12 2 0 - 3 6 0 - 2 5 0 - 10 1 0 - 43 15
 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11

LE 25 NOVEMBRE 1991

ANALYSE MINÉRALOGIQUE NUMERO : 1057

REFERENCE : 146031.91

 *
 * TOURNAISIS 5/20 *
 *

ROCHE - GRANULAT

ANALYSE INITIALE +-----1-----> 19.26 1.19 0.06 0.58 40.79 1.26 0.59 0.36 0.28 0.00 0.24 0.00 32.53 0.42 1.63
 TOTAL : 99.19

 * COMPOSITION MINÉRALOGIQUE *

 ..1.....2.....3.....4.....5.....6.....7.....8.....9.....10.....11.....12.....13.....14.....15.

	19.26	1.19	0.06	0.58	40.79	1.26	0.59	0.36	0.28	0.00	0.24	0.00	32.53	0.42	1.63
: ANATASE - EUTILE 0.06 :	19.26	1.19	0.00	0.58	40.79	1.26	0.59	0.36	0.28	0.00	0.24	0.00	32.53	0.42	1.63
: PYRITE 0.45 :	19.26	1.19	0.00	0.28	40.79	1.26	0.59	0.36	0.28	0.00	0.00	0.00	32.53	0.42	1.63
: ANHYDRITE 0.48 :	19.26	1.19	0.00	0.28	40.59	1.26	0.59	0.36	0.00	0.00	0.00	0.00	32.53	0.42	1.63
: FELDSPATH ALBITE 4.99 :	15.83	0.22	0.00	0.28	40.59	1.26	0.00	0.36	0.00	0.00	0.00	0.00	32.53	0.42	1.63
: FELDSPATH ORTHOSE 2.13 :	14.46	-0.17	0.00	0.28	40.59	1.26	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	32.53	0.42	1.63
: MICA BIOTITE (PE) 0.60 :	14.25	-0.23	0.00	0.00	40.59	1.26	0.00	-0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	32.53	0.40	1.63
: MONTMORILLONITE NRANT :	14.25	-0.23	0.00	0.00	40.59	1.26	0.00	-0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	32.53	0.40	1.63
: DOLOMITE 5.80 :	14.25	-0.23	0.00	0.00	38.83	0.00	0.00	-0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	29.76	0.40	1.63
: CALCITE 69.34 :	14.25	-0.23	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.75	0.40	1.63
: QUARTZ 14.25 :	0.00	-0.23	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.75	0.40	1.63

	0.00	-0.23	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.75	0.40	0.00
* BILAN ET BALANCES 99.71 *	0.00	-0.23	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	-0.75	0.40	0.00

	SI02	AL2O3	TIO2	FE2O3	CAO	MGO	NA2O	K2O	SO3	CL-	S--	INS.	CO2	H2OHT	H2OBT
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15

CODE - 51 3 0 - 18 11 0 - 26 9 0 - 5 7 0 - 4 8 0 - 9 4 0 - 12 2 0 - 3 6 0 - 2 5 0 - 10 1 0 - 43 15 0
 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11

LE 17 JUIN 1993

ANALYSE MINERALOGIQUE NUMERO : 1263

REFERENCE : 146032.31

```

#####
#
#   CALCITRE DE SPRATT - HM03   #
#
#####
    
```

ROCHE - GRANULAT

ANALYSE INITIALE +-----1----->	0.01	0.00	0.00	0.06	49.63	1.67	0.02	0.01	0.00	0.01	0.01	8.87	39.86	0.00	0.00
TOTAL : 100.15															
#####	SiO2	Al2O3	TiO2	Fe2O3	CaO	MgO	Na2O	K2O	SO3	CL-	S--	INS.	CO2	H2OHT	H2OBT
# COMPOSITION MINERALOGIQUE #															
#####	..1.....	2.....	3.....	4.....	5.....	6.....	7.....	8.....	9.....	10.....	11.....	12.....	13.....	14.....	15.
: SIDEROSE 0.07 :	0.01	0.00	0.00	0.01	49.63	1.67	0.02	0.01	0.00	0.01	0.01	8.87	39.83	0.00	0.00
: DOLOMITE 7.68 :	0.01	0.00	0.00	0.01	47.29	0.00	0.02	0.01	0.00	0.01	0.01	8.87	36.16	0.00	0.00
: CALCITE 82.18 :	0.01	0.00	0.00	0.01	1.27	0.00	0.02	0.01	0.00	0.01	0.01	8.87	0.00	0.00	0.00
: INSOLUBLE SILICEUX 8.87 :	0.01	0.00	0.00	0.01	1.27	0.00	0.02	0.01	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00
: PYRITE 0.02 :	-----														
#####															
# BILAN ET BALANCES 98.82 #	0.01	0.00	0.00	0.00	1.27	0.00	0.02	0.01	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
#####															
	SiO2	Al2O3	TiO2	Fe2O3	CaO	MgO	Na2O	K2O	SO3	CL-	S--	INS.	CO2	H2OHT	H2OBT
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15

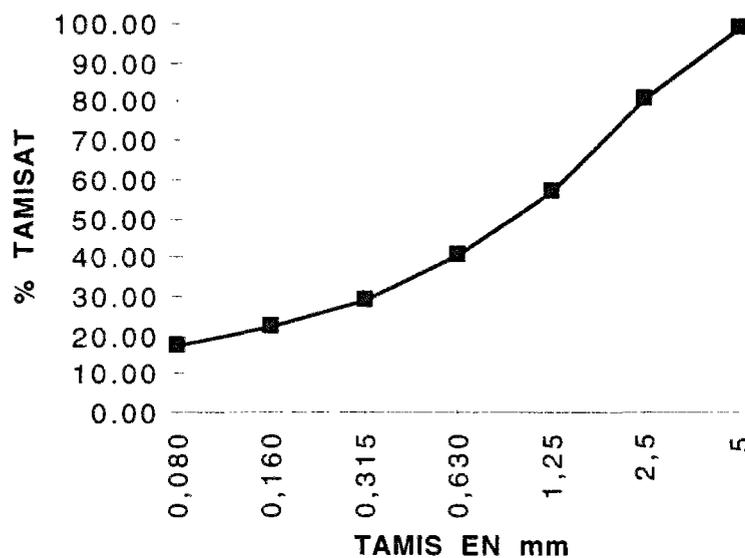
CORE - 31 4 5 - 3 6 0 - 2 13 0 - 33 12 0 - 18 11 0 -
 1 2 3 4 5

VI. ANALYSES GRANULOMÉTRIQUES⁶

TOURNAISIS
0 / 5

POIDS DE L'ECHANTILLON: 1000 g

<i>tamis</i>	<i>refus</i>	<i>pourcentage</i>	<i>pourcentage</i>
<i>ouverture en mm</i>	<i>cumulés en g</i>	<i>refus cumulés</i>	<i>tamisats cumulés</i>
0,080	826.00	82.60	17.40
0,160	775.00	77.50	22.50
0,315	709.00	70.90	29.10
0,630	592.00	59.20	40.80
1,25	426.00	42.60	57.40
2,5	188.00	18.80	81.20
5	8.00	0.80	99.20

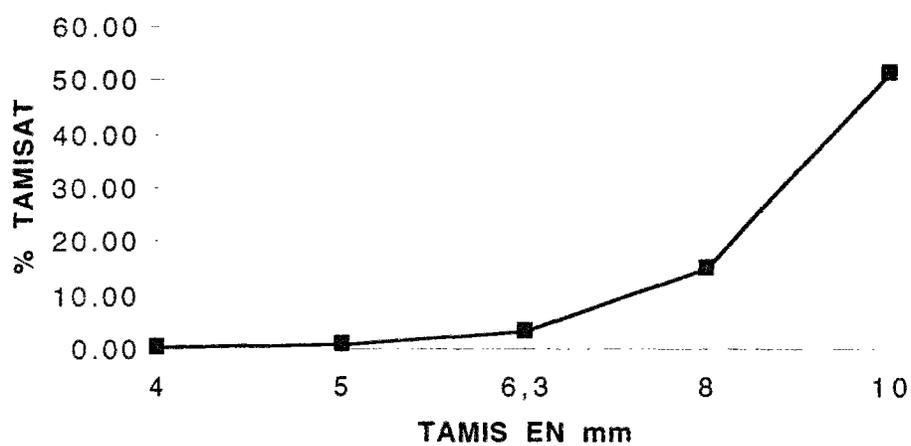


⁶ D. Béconne, Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC

TOURNAISIS
5/12,5

POIDS DE L'ECHANTILLON : 3500 g

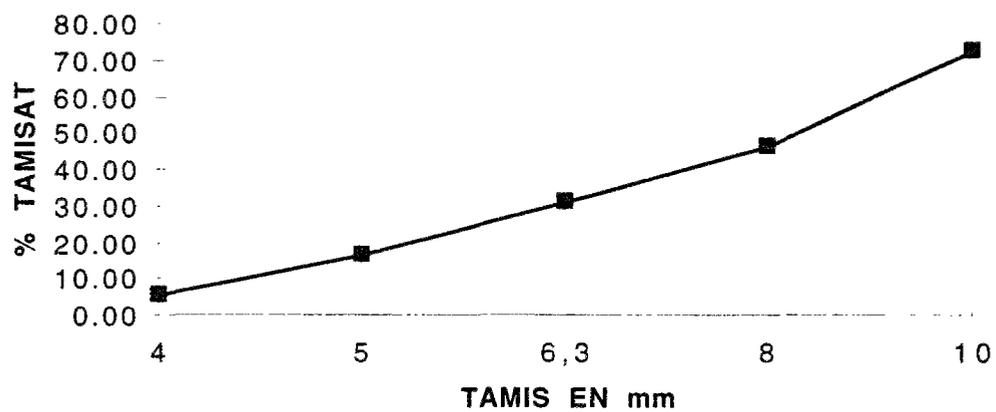
<i>tamis ouverture en mm</i>	<i>masse des refus cumulés en g</i>	<i>pourcentage refus cumulés</i>	<i>pourcentages tamisats cumulés</i>
4	3484	99.54	0.46
5	3458	98.80	1.20
6,3	3388	96.80	3.20
8	2963	84.66	15.34
10	1697	48.49	51.51



SPRATT
5/12,5

POIDS DE L'ECHANTILLON : 3500 g

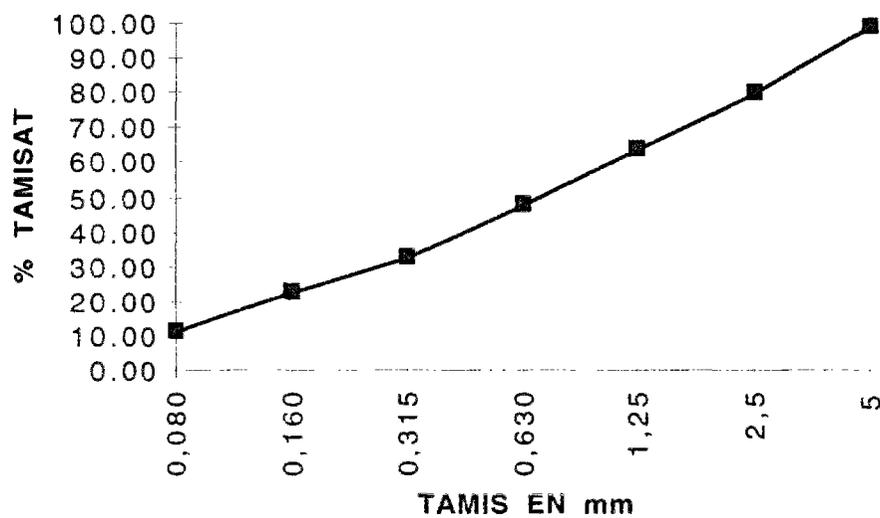
<i>tamis ouverture en mm</i>	<i>masse des refus cumulés en g</i>	<i>pourcentage refus cumulés</i>	<i>pourcentages tamisats cumulés</i>
4	3301	94.31	5.69
5	2918	83.37	16.63
6,3	2414	68.97	31.03
8	1860	53.14	46.86
10	957	27.34	72.66



BOULONNAIS
0 / 5

POIDS DE L'ECHANTILLON: 1000 g

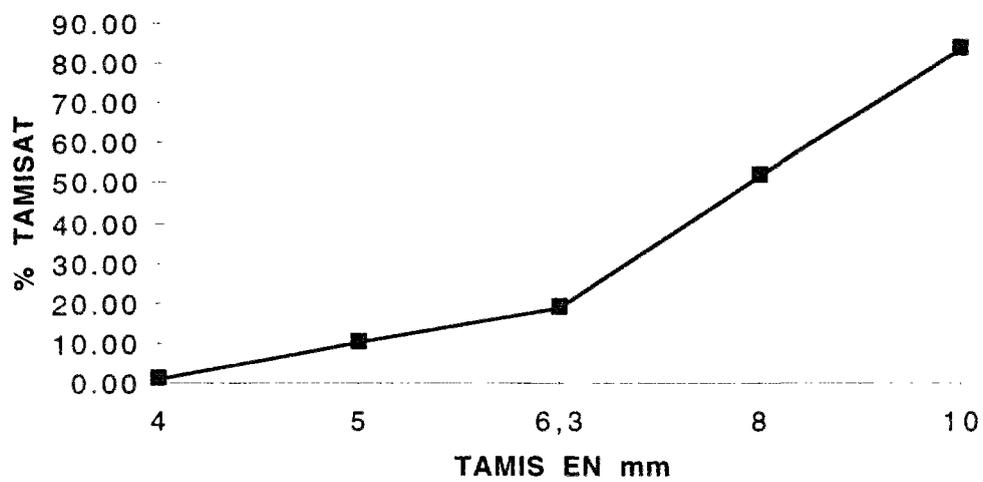
<i>tamis</i>	<i>refus</i>	<i>pourcentage</i>	<i>pourcentage</i>
<i>ouverture en mm</i>	<i>cumulés en g</i>	<i>refus cumulés</i>	<i>tamisats cumulés</i>
0,080	886.00	88.60	11.40
0,160	770.00	77.00	23.00
0,315	670.00	67.00	33.00
0,630	519.00	51.90	48.10
1,25	357.00	35.70	64.30
2,5	197.00	19.70	80.30
5	10.00	1.00	99.00



BOULONNAIS
5/12,5

POIDS DE LÉCHANTILLON : 3500 g

<i>tamis ouverture en mm</i>	<i>masse des refus cumulés en g</i>	<i>pourcentage refus cumulés</i>	<i>pourcentages tamisats cumulés</i>
4	3443	98.37	1.63
5	3138	89.66	10.34
6,3	2836	81.03	18.97
8	1671	47.74	52.26
10	554	15.83	84.17



VII. MESURES DE SURFACE SPÉCIFIQUE⁷

Principe de la méthode

Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un appareil "BET dynamique" à composition de gaz constante.

Un mélange gazeux de gaz non adsorbable (hélium) et de gaz adsorbable (azote) passe à débit constant sur l'échantillon maintenu à la température d'adsorption puis dans un détecteur à conductibilité thermique (catharomètre) qui mesure les variations de concentration de l'adsorbat dans le gaz porteur. L'aire des pics, mesurée par un intégrateur, est proportionnelle à la quantité d'azote adsorbée.

L'étalonnage de l'appareil est effectué en injectant dans le courant gazeux des quantités connues d'hélium à l'aide de vannes à gaz. La pression partielle est déterminée par la relation : $P_r = \alpha \frac{P}{P_0}$ où α est la fraction molaire en adsorbat, P la pression à laquelle s'effectue la mesure, P_0 la pression de vapeur saturante de l'adsorbat.

Préparation des échantillons

Les pesées des échantillons ont été effectuées sur une balance analytique de sensibilité 0,1 mg. Ils ont été dégazés pendant 24 heures à 100°C et sous hélium afin de désorber les substances étrangères physiquement adsorbées (H₂O, CO₂, etc...).

Résultats

1. Calcaire du Tournaisis (tranche granulométrique 1 à 2 mm)

Échantillon 1 : 2,5 m²/g

Échantillon 2 : 2,3 m²/g

2. Calcaire du Tournaisis décarbonaté

Échantillon 1 : 8,8 m²/g

Échantillon 2 : 9,7 m²/g

⁷ N. Novakovic, Section d'Analyses et d'Expertise des Matériaux, LCPC

VIII. CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES⁸

	Tournaisis				Boulonnais			
	moyenne	nombre	maxi	mini	moyenne	nombre	maxi	mini
masse volumique (kg/m ³)	2 6 8 2	36	2657	2720	2 6 8 9	15	2676	2693
compression simple (MPa)	1 7 5	36	78	227	2 2 0	5	176	256
module d'Young (GPa)	6 8	1	-	-	8 2	8	76.5	95

IX. OBSERVATIONS PAR MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE A BALAYAGE⁹

Des sections de gravillons ont été observées après polissage, puis attaque à l'acide chlorhydrique dilué au 1/200ème pendant 3 mn, rinçage à l'eau claire et à l'eau distillée.

Les stocks de granulats étant très hétérogènes, nous avons observé des granulats caractéristiques des différents faciès rencontrés.

1. Calcaire du Tournaisis

a. Couleur gris moyen

C'est la couleur la plus fréquemment rencontrée. Le réseau non calcaire est composé de silice, mais aussi d'alumine (Photo An. 1. 1)

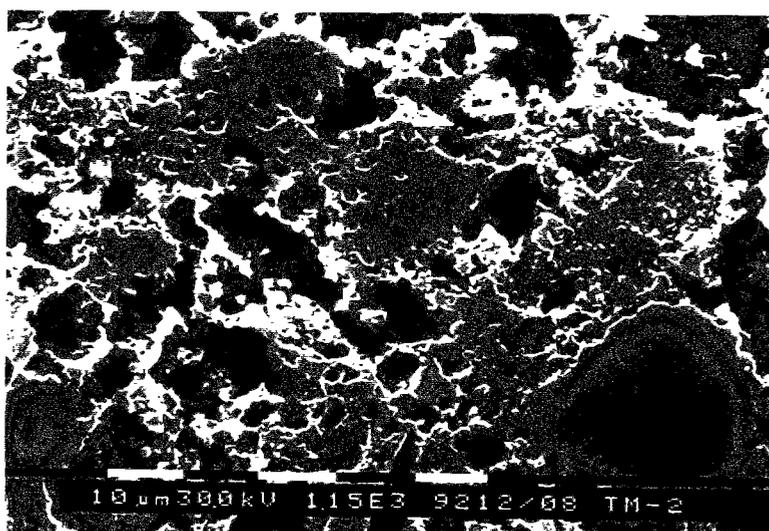
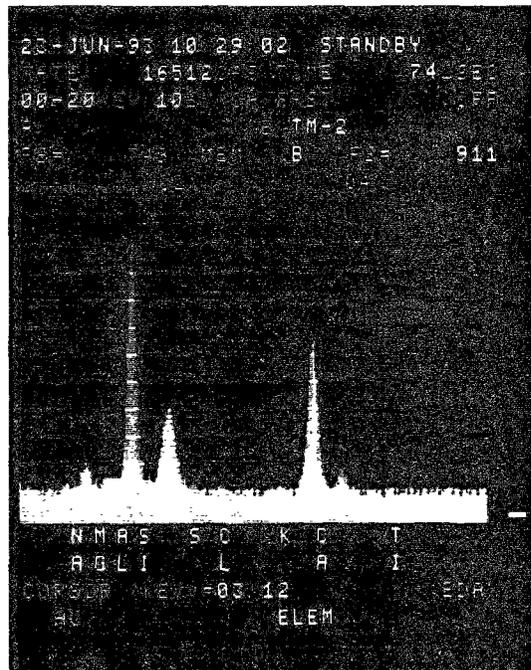


Photo An. 1. 1 : Réseau non calcaire d'un gravillon du Tournaisis gris moyen (G : x 1 150)

⁸ Extrait de la base de données DATAROC-LCPC, Section Géologie et Matériaux Naturels, LCPC

⁹ J. S. Guédon-Dubied, Section Géologie et Matériaux Naturels et C. Larive, Section Durabilité des Ouvrages d'Art, LCPC.



Analyse An. 1. 1 : Analyse ponctuelle du réseau non calcaire présenté en Photo An. 1. 1
On trouve quelques rares zones de pyrites (Photo An. 1. 2).

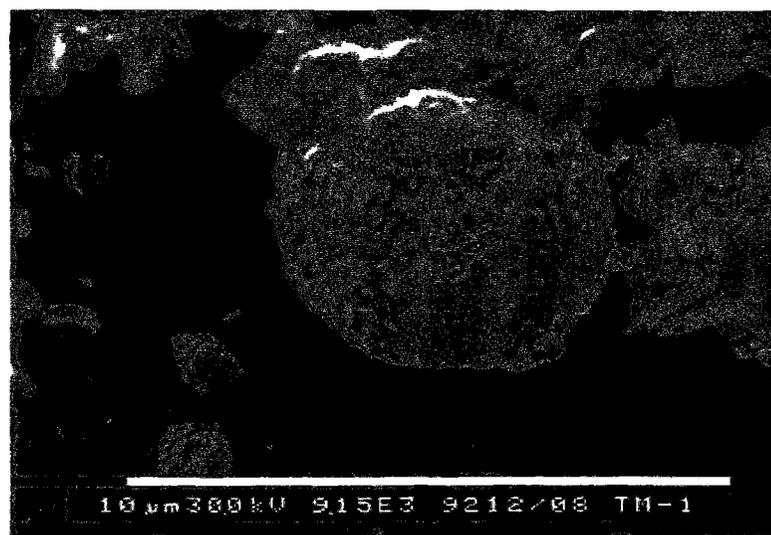
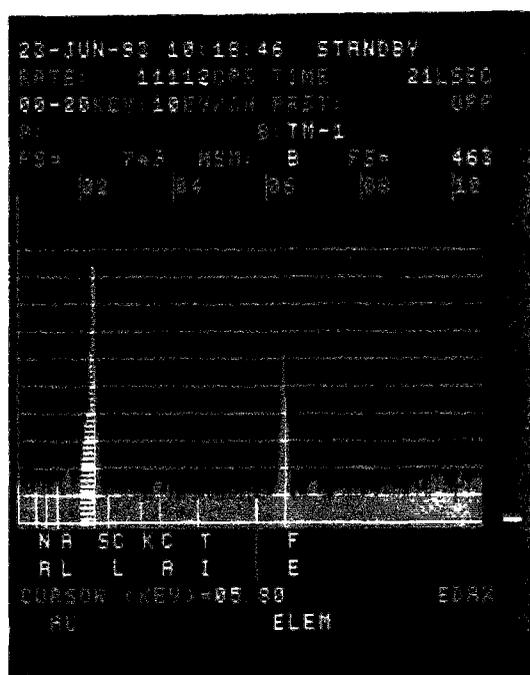


Photo An. 1. 2 : Pyrites dans un gravillon du Tournaisis gris moyen (G : x 9 150)



Analyse An. 1. 2 : Analyse ponctuelle des grains de pyrites de la Photo An. 1. 2

b. Couleur gris clair

Ces gravillons contiennent de nombreux fossiles (Photo An. 1. 3).

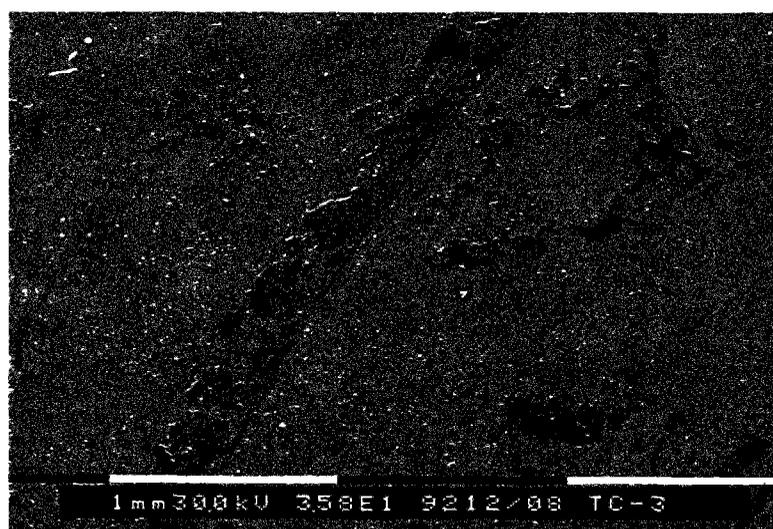


Photo An. 1. 3 : Fossile dans un gravillon du Tournaisis gris clair (G : x 35,8)

Le réseau non calcaire est beaucoup plus hétérogène et son épaisseur semble inférieure (Photo An. 1. 4 et 5).

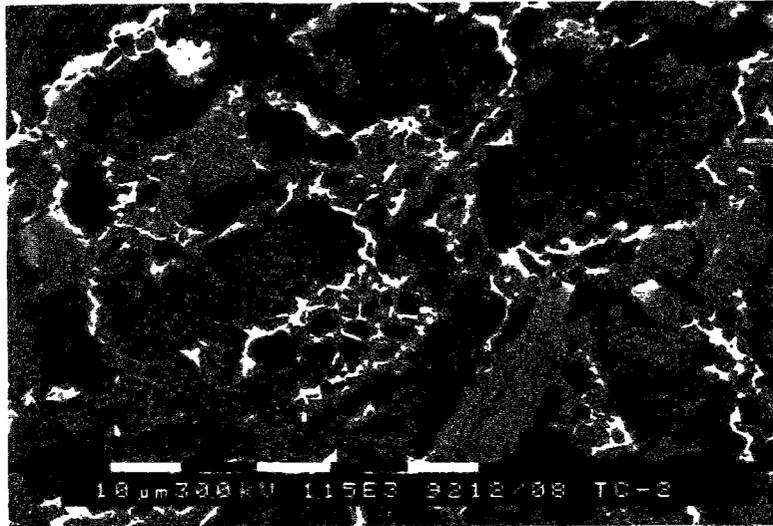


Photo An. 1. 4 : Réseau non calcaire d'un gravillon du Tournaisis gris clair (G : x 1 150)

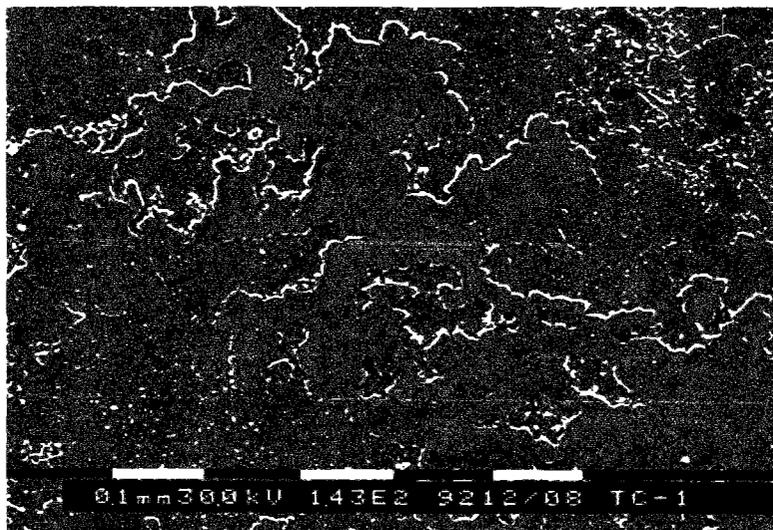
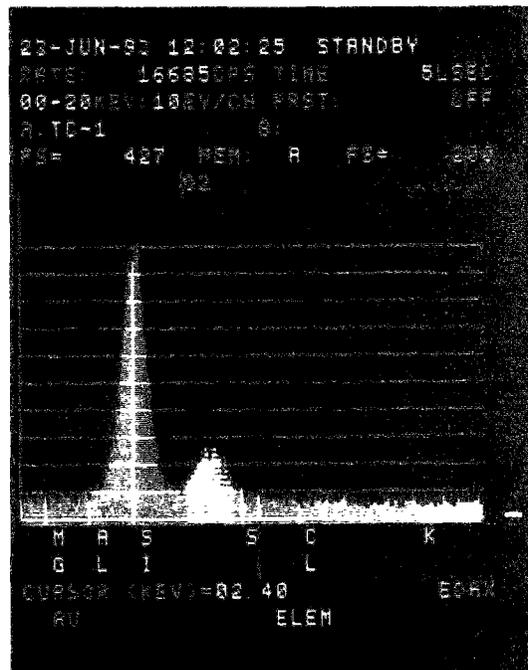


Photo An. 1. 5 : Réseau non calcaire d'un gravillon du Tournaisis gris clair (G : x 143)



Analyse An. 1. 3 : Analyse ponctuelle du réseau siliceux de la Photo An. 1. 5

Nous avons rencontré de rares pyrites framboïdales isolées (5 sur environ 2 cm²).

c. Couleur gris foncé

Ce sont sur ces gravillons que le réseau non calcaire est le plus dense (Photo An. 1. 6).

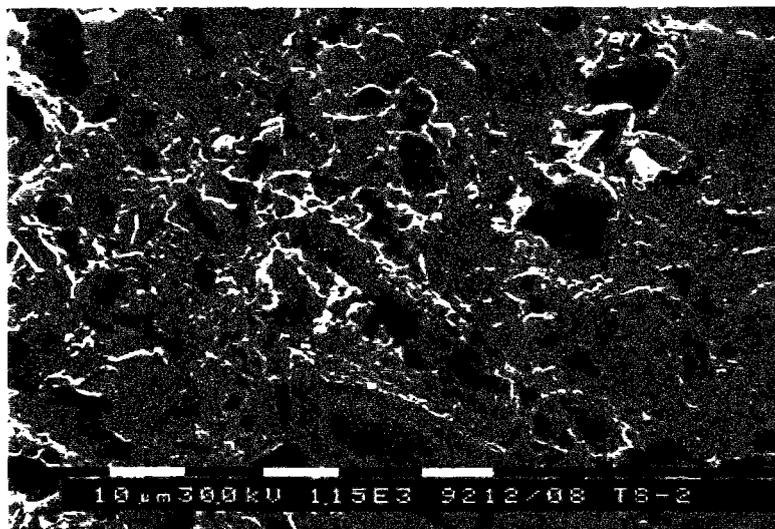


Photo An. 1. 6 : Réseau non calcaire d'un gravillon du Tournaisis gris foncé (G : x 1 150)

On trouve facilement des "chapelets" de pyrites framboïdales (plus d'une dizaine de sites sur environ 2 cm² ; Photo An. 1. 7).

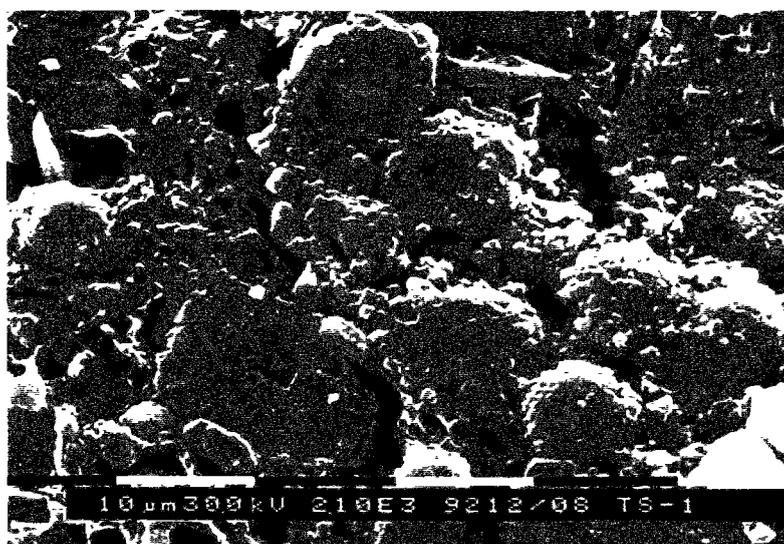


Photo An. 1. 7 : Réseau non calcaire et "chapelet" de pyrites sur un gravillon du Tournaisis gris foncé (G : X 2100)

2. Calcaire de Spratt

a. Couleur gris foncé

Ce sont très nettement les plus nombreux. Leur réseau non calcaire est bien réparti (Photo An. 1. 8). Il est constitué de silice pratiquement pure (Analyse 4).

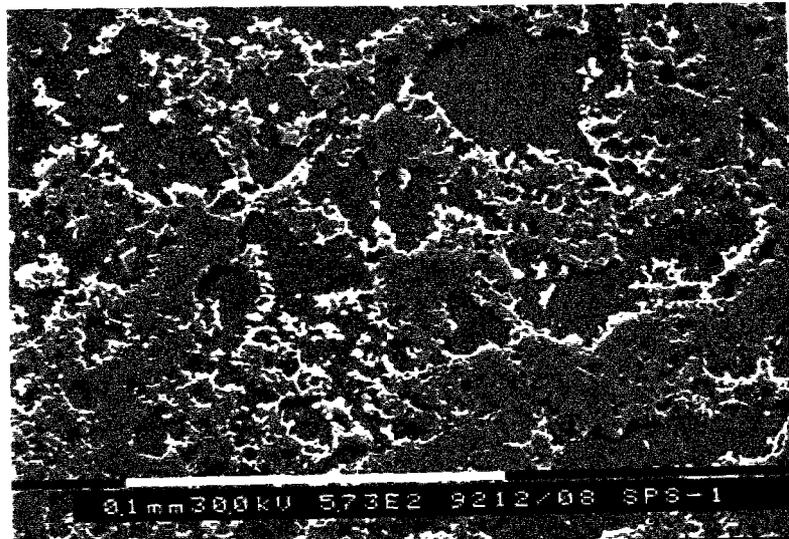
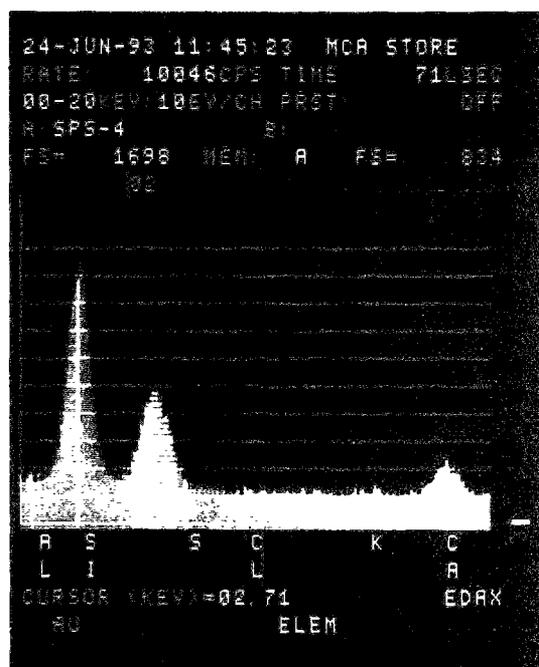


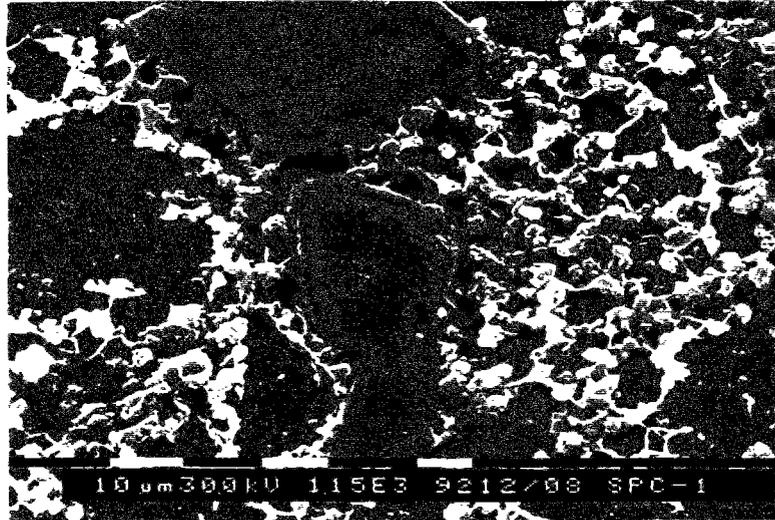
Photo An. 1. 8 : Réseau non calcaire d'un gravillon de Spratt gris foncé (G : x 573)



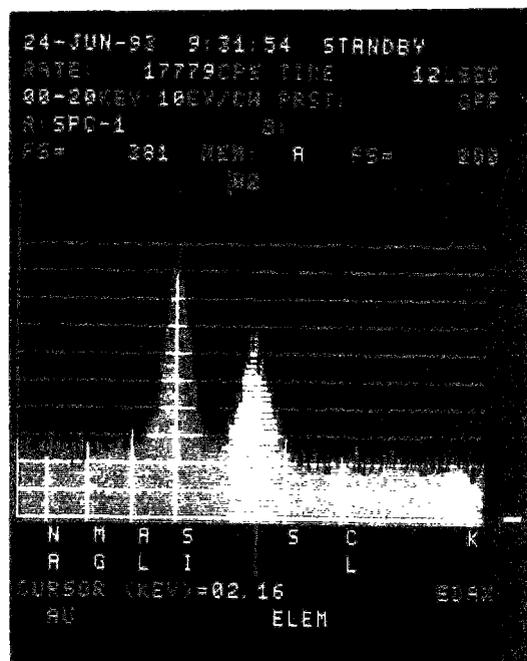
Analyse 4 : Analyse ponctuelle du réseau non calcaire d'un gravillon de Spratt gris foncé

b. Couleur gris clair

Les gravillons gris clairs contiennent eux aussi des impuretés siliceuses, sous forme de petits globules de silice pure (Photo An. 1. 9).



*Photo An. 1. 9 : Réseau non calcaire d'un gravillon de Spratt gris clair (G : x 1 150)
(Les cristaux en plaquettes sont des quartz).*



Analyse 5 : Analyse ponctuelle du réseau non calcaire d'un gravillon de Spratt gris clair

La densité du réseau non calcaire est très variable. De larges zones de calcite pure sont constituées de cristaux automorphes (Photo An. 1. 10). Le réseau diffus est constitué de silice pure (Analyse 6) ; les nodules sont de la calcite.

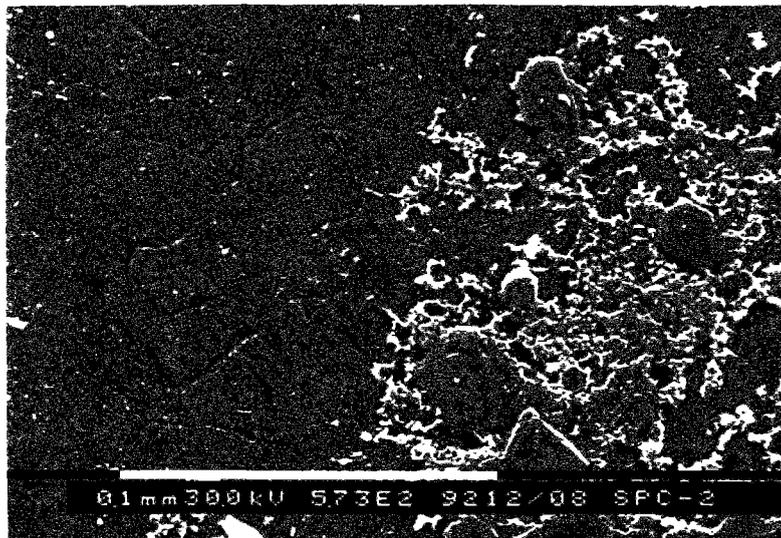
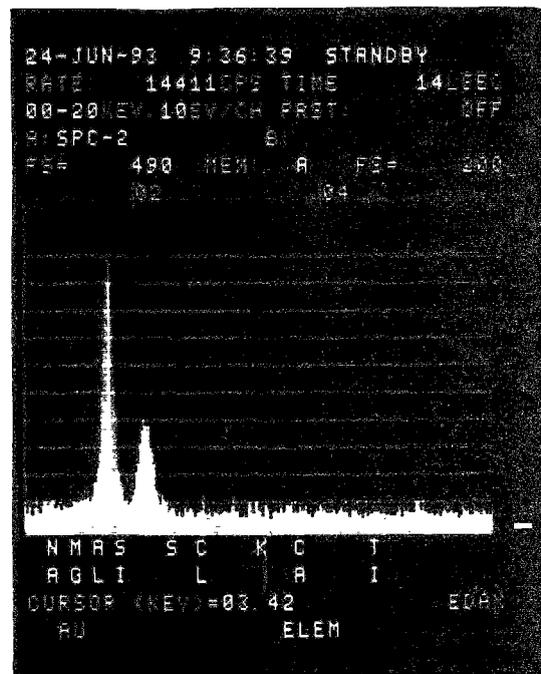


Photo An. 1. 10 : Transition entre calcite pure et zone recouverte par le réseau non calcaire (G : x 573).



Analyse 6 : Analyse du réseau siliceux recouvrant la calcite (Photo An. 1. 10)

B. CIMENT

I. ANALYSES CHIMIQUES ET THERMIQUES¹⁰

(Résultats en %)	oct-94	oct-94	oct-94	oct-94	oct-94	oct-94	oct-96
Référence	sac1	sac 4	sac 10	sac 12	sac 17	Moyenne	sac 14
Silice soluble	19.10	19.00	19.00	19.10	19.10	19.06	19.50
Oxyde d'aluminium	4.54	4.52	4.54	4.52	4.53	4.53	5.42
Oxyde de titane	n. d	n. d	n. d				
Oxyde ferrique	3.22	3.31	3.24	3.23	3.24	3.25	3.09
Oxyde de calcium	61.60	61.00	61.50	61.60	61.60	61.46	61.70
Oxyde de magnésium	1.53	1.51	1.51	1.54	1.51	1.52	1.54
Oxyde de sodium	0.22	0.22	0.22	0.21	0.21	0.22	0.21
Oxyde de potassium	1.38	1.41	1.37	1.37	1.37	1.38	1.28
Anhydride sulfurique	3.32	3.30	3.37	3.35	3.36	3.34	3.41
Chlore des chlorures	n. d	n. d	n. d				
Soufre des sulfures	n. d	n. d	n. d				
Résidu insoluble	2.31	2.34	2.39	2.28	2.30	2.30	2.30
Perte au feu	2.12	2.56	2.26	2.15	2.30	2.28	1.75
Oxyde de manganèse	n. d	n. d	n. d				
Total des éléments dosés	99.34	99.17	99.40	99.35	99.52	99.34	100.20
Eau basse température	1.00	0.95	0.94	0.94	0.92	0.95	0.96
Eau haute température	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Perte au feu ATD	1.87	1.78	1.79	1.69	1.94	1.81	1.71
CO2 estimé par la courbe TG	0.87	0.83	0.85	0.75	1.02	0.86	0.75
CO2 estimé de carbonatation	0.29	0.39	0.31	0.27	0.47	0.35	0.15
CO2 du filler	0.58	0.44	0.54	0.48	0.55	0.52	0.60
CaO du filler	0.74	0.56	0.69	0.61	0.70	0.66	0.76
CO3Ca filler	1.32	1.00	1.23	1.09	1.07	1.18	1.36
CaO du ciment	60.86	60.44	60.81	60.99	60.20	60.80	60.94

n. d : non déterminé

¹⁰ M. Bouzanne, Laboratoire Régional de l'Est Parisien, et G. Platret, Section de Comportement Physico-Chimique des Matériaux, LCPC.

II. COMPOSITION POTENTIELLE SELON BOGUE

C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	Gypse	CO ₂ de carbonatation	Chaux libre	Total
52.09	15.35	6.51	9.87	7.18	1.18	0.83	93.00

Formule de Sadran : $(C_3 A + 0.27 \times C_3 S) = 20.57$

ANNEXE 2 : MÉTHODES D'ANALYSE

A.	Diffractométrie des rayons X	269
B.	Analyses thermiques.....	269
C.	Méthodes d'analyses chimiques (texte de M. Bouzanne, LREP).....	270
I.	Introduction	270
II.	Essais préliminaires	270
III.	Analyses physico-chimiques.....	272
IV.	Conclusions	273
V.	Références	274

A. Diffractométrie des rayons X

Les conditions d'utilisation du générateur Philips PW 1830 sont les suivantes :

- domaine angulaire : 6° à 70° en 2 Thêta
- Régime du tube : 40 kV, 30 mA
- Régime du tube compteur : 1650 V
- Pas de comptage : 0.05° en 2 Thêta
- Temps de comptage : 2 s
- Fente de divergence : 1°
- Fente réceptrice : 0,3 mm

Chaque diagramme obtenu est traité par informatique sur une station de travail SUN à l'aide d'un ensemble de logiciels réalisés sous GKS au LCPC. Ces logiciels sont basés sur les programmes de Goehner et Garbauskas ; ils utilisent la base de données JCPDS et fournissent les résultats suivants :

- * lissage sur 11 points,
- * calcul et suppression du fond continu,
- * indexation des raies et normalisation des intensités,
- * sortie sur imprimante laser du diagramme corrigé et indexé,
- * recherche des phases possibles,
- * interprétation des résultats par comparaison du diagramme expérimental avec les phases possibles.

B. Analyses thermiques

Les conditions d'utilisation de l'analyseur thermique simultané Netzsch STA 409 E sont les suivantes :

- Vitesse de montée en température : 10°C / mn
- Étendue de température : 25°C – 1150°C
- Sensibilité : 1,25 µg
- Portée maximum : 20 g
- Poids de l'échantillon : 200 mg
- Atmosphère : air comprimé (80% N₂, 20% O₂)
- Débit : 80 ml/mn

Cette thermobalance est pilotée par un micro-ordinateur PC 486/DX2 Compaq qui utilise un programme (en basic HT) autorisant simultanément l'acquisition de données et le traitement de celles déjà enregistrées.

C. Méthodes d'analyses chimiques (texte de M. Bouzanne, LREP)

Ces méthodes ont été appliquées pour toutes les analyses de béton destinées au calcul minéralogique.

I. Introduction :

La modélisation du gonflement des bétons atteints d'alcali réaction implique, outre la connaissance de l'évolution dimensionnelle et mécanique des corps d'épreuve, une évaluation aussi fine que possible des variations de leur composition chimique.

Les travaux réalisés au LREP comportaient donc l'analyse chimique de bétons préparés au LCPC à l'aide d'un ciment riche en alcalins (Ciment de Créchy), de granulats de la carrière du Tournaisis ou pour quelques éprouvettes de calcaires du Boulonnais.

La méthode d'analyse retenue était celle préconisée par F.X DELOYE [4] en vue du calcul de la composition minéralogique, après mise en solution des échantillons de béton par l'acide nitrique dilué.

Les méthodes d'analyses chimiques ou physico-chimiques comportent en effet le plus souvent une mise en solution préalable, suivie de l'analyse proprement dite.

L'attaque ménagée par un acide dilué tel que l'acide chlorhydrique ou l'acide nitrique permet dans certaines conditions de ne solubiliser que le liant et la partie carbonatée des granulats. A l'exception de la silice susceptible de polymériser, les solutions obtenues sont stables et peu chargées en sels, conditions très favorables pour les dosages par des méthodes physico-chimiques telles que la spectrométrie d'absorption atomique.

Initialement, ce mode de mise en solution par l'acide chlorhydrique dilué avait été mis au point pour l'analyse des ciments (VOINOVITCH et Al. 1968, 1969) [1], [2], adapté à l'analyse des bétons durcis (DELOYE F.X 1978) [4], puis modifié avec l'adoption de l'attaque par l'acide nitrique dilué au 1/50ème [6], [7] réputée plus efficace en présence de dolomie.

II. Essais préliminaires :

Nous avons rencontré dans la phase préliminaire de l'étude quelques difficultés, notamment un problème de répétabilité des mises en solution des bétons. Bien que selon les auteurs, le mode opératoire soit précis, les méthodes décrites ont quelque peu varié en fonction du temps comme on pourra aisément s'en convaincre en consultant le recueil de modes opératoires [6] et le rapport de F.X Deloye [7].

La méthode que nous avons pour notre part adaptée [3] et appliquée avec succès aux ciments pendant de nombreuses années, ne peut en effet être transposée aux bétons sans précaution. Elle consistait à attaquer 0,5 g de ciment, préalablement dispersé par agitation dans 100 cm³ d'eau distillée, par 100 cm³ d'acide nitrique (d=1,40) dilué au 1/25 ème et à agiter durant 30 minutes. Le pH final de la solution était en général de l'ordre de 0,8. On conçoit aisément que dans le cas d'un béton contenant de 10 à 20 % de ciment et éventuellement des granulats calcaires, la quantité d'acide nécessaire pour atteindre un pH convenable soit différente. La reproductibilité médiocre des premiers résultats obtenus, en ce qui concerne la fraction insoluble, à l'aide du système robotique dont nous disposions, nous a incités à réaliser quelques vérifications préliminaires,

afin de déterminer si cette reproductibilité faible était liée au matériel ou à une définition non appropriée des conditions opératoires.

Ces essais visaient à préciser l'influence du pH de mise en solution, du mode d'addition des réactifs (rapide ou progressif), du type de filtre utilisé et des conditions de calcination de l'insoluble.

A défaut d'échantillon type de béton de composition connue, nos essais préliminaires ont été réalisés sur le ciment ATILH 92 (ayant fait l'objet d'essais interlaboratoires). Les résultats figurent au tableau I ci-dessous.

Conditions opératoires communes aux divers essais :

Ciment ATILH 92 - Addition initiale : 100 ml eau distillée - Agitation 3 min - Barreau PTFE 47 mm - Addition acide nitrique (d=1,40) dilué au 1/25 ème
Teneur en silice interlaboratoire (TMR) : 21,1 % Teneur en insoluble CEN : 0,16 %
Dosage silice par SAA méthode d'encadrement.

Tableau I :

Prise d'essai - Conditions opératoires	pH final	Volume acide dilué ml	Insolubles Calcination 975 °C	Insolubles Calcination 1000 °C	Silice SAA	Silice SAA Compensation CaO
1g - Ajout HNO ₃ à la burette	1.48	76	4.93 %			
1g - Ajout HNO ₃ rapide. Filtre moyen	1.40	76.3	2.12	2.05	16.7	
1g - Ajout HNO ₃ rapide. Filtre moyen	1.30	79.8	1.61	1.57	17.7	
1g - Ajout HNO ₃ rapide. Filtre moyen	1.21	84.0	1.54	1.47	17.0	
1g - Ajout HNO ₃ rapide. Filtre moyen	1.10	95.2	1.76	1.69	17.0	
1g - Ajout HNO ₃ rapide. Filtre moyen	0.99	111.2	1.38	1.34	17.2	
1g - Ajout HNO ₃ rapide. Filtre moyen	1.00	100		0.70	17.9	20.6
1g - Ajout HNO ₃ rapide. Filtre rapide	0.98	100		0.34	18.0	20.7
0.5 g - Ajout HNO ₃ rapide. Filtre moyen	0.80	100		0.49	17.9	20.7

L'examen des résultats montre qu'un pH final de l'ordre de $0,9 \pm 0,1$ semble optimal, dans la mesure où l'insoluble obtenu est le plus faible et le plus proche du résultat de l'étude interlaboratoire ATILH.

L'addition progressive de l'acide dilué à l'aide d'une burette conduit par contre à une mise en solution incomplète, caractérisée par un insoluble élevé. Il semble également nécessaire de recourir à une agitation suffisamment énergique, ce qui conduit à utiliser des barreaux magnétiques de grande taille (47 mm). Enfin, une température de calcination de l'insoluble de 1000 ± 20 °C semble préférable à la température de 975 °C recommandée par la norme EN 196-2 relative aux ciments [10].

Il apparaît, en accord avec les observations de Deloye [7] que **la mise en solution des bétons doit faire l'objet d'un dosage acidimétrique préalable** et bien entendu, **pour chaque échantillon** dans le cas de granulats calcaires.

III. Analyses physico-chimiques :

Outre l'indispensable mise en solution, l'analyse des bétons met généralement en oeuvre plusieurs techniques chimiques ou physico-chimiques qui doivent être retenues en fonction de leurs caractéristiques et du but recherché, en l'occurrence, l'analyse aussi précise que possible des divers constituants et plus particulièrement de la silice, de la chaux et des alcalins. Les spectrométries d'émission ou d'absorption atomique, en flamme ou en plasma sont souvent utilisées. Remarquables outils pour l'analyse des traces ou des éléments mineurs, leur précision est souvent moins satisfaisante pour les dosages d'éléments majeurs. Elles sont parfois affectées par des interactions diverses entre éléments [9].

La spectrométrie d'absorption atomique appliquée à l'analyse des bétons permet, en principe, les déterminations de la silice (SiO_2), de l'alumine (Al_2O_3), de l'oxyde de fer (Fe_2O_3), de la chaux (CaO), de la magnésie (MgO), de l'oxyde de sodium (Na_2O), de l'oxyde de potassium (K_2O).

Un certain nombre de paramètres chimiques ne peuvent être déterminés par méthodes spectrométriques. C'est le cas pour les déterminations des sulfates pour lesquels la gravimétrie reste la méthode la plus précise de même que pour la perte au feu ou les carbonates.

Les sulfates et perte au feu ont été déterminés suivant les prescriptions de la norme NF EN 196-2 et n'ont posé aucun problème. Le CO_2 des carbonates a été déterminé à l'aide d'alcalimètre Schroedter modifié. Cette méthode plus précise que celle dite de Dietrich Fruhling en raison de son principe même (pesées en lieu et place de mesures de volumes gazeux) ne peut toutefois prétendre remplacer les méthodes thermogravimétriques et doit être considérée comme fournissant une première estimation. Le choix du réactif d'attaque, acide chlorhydrique ou nitrique conduit par ailleurs à des résultats différents en présence de calcaires dolomitiques.

Les essais préliminaires de mise en solution ont été mis accessoirement à profit pour tenter d'améliorer le dosage de la silice par spectrométrie d'absorption atomique. On note que la totalité de la silice soluble est présente en solution dès pH 1,0. On remarque également, qu'en l'absence de compensation en calcium on observe une forte inhibition du signal (3,2 % de SiO_2 en valeur absolue), imparfaitement corrigée par l'addition de calcium. Quelques tentatives de correction par l'addition d'oxine, n'ont pas donné de résultats satisfaisants.

En conséquence et compte tenu de l'absence d'échantillon type de béton de composition connue permettant de corriger efficacement les interférences observées, nous avons retenu le dosage chimique par **gravimétrie du complexe silico molybdique avec la quinoléine** méthode reconnue parmi les plus précises. Au rang des inconvénients on notera qu'il s'agit là d'une méthode manuelle, donc lente et impliquant un travail soigné de la part de l'opérateur comme toutes les méthodes similaires. Par ailleurs, ce dosage doit être effectué dans la demi-journée qui suit la mise en solution sinon une partie de la silice peut polymériser et échapper au dosage. Enfin, la prise d'essai du filtrat ne doit pas contenir moins de 10 mg ou plus de 50 mg SiO_2 (Se reporter pour plus de détails à la norme NF P 98 -107 Annexe A).

Ainsi que nous le notions ci-dessus, le dosage des éléments majeurs tels que le calcium dans les ciments ou dans les bétons calcaires par méthode spectrométrique n'est pas très précis. Dans les conditions optimales, l'erreur relative est de l'ordre du % et rarement inférieure à 0,5 %. La teneur élevée implique une forte dilution qui constitue une source d'erreur supplémentaire.

Cherchant une méthode précise pour la détermination de cet élément important dans le cadre de la présente étude, nous avons eu recours à une méthode de titrage complexométrique du calcium par l'EGTA, réputée plus précise. Toutefois, la détection visuelle du virage restant toujours délicate et beaucoup trop affectée par l'appréciation de l'opérateur, nous avons utilisé un mode de détection photométrique. (Photomètre à fibre optique associé au titrateur)

Parmi les éléments majeurs des composés silicatés, la détermination de l'aluminium a toujours posé des problèmes difficiles. Le premier problème est celui de la mise en solution des aluminates. Selon divers auteurs, la mise en solution nitrique conduirait à des teneurs en alumine plus faibles que lors d'une attaque chlorhydrique. Les dosages par absorption atomique, bien qu'affectés par des interactions diverses, comptent parmi les méthodes les plus sûres sous réserve de tester l'absence d'interférence par l'emploi de la méthode dite des ajouts dosés. Nous avons systématiquement contrôlé tout résultat apparemment douteux par cette méthode.

On notera que les difficultés rencontrées pour certains paramètres tels que les insolubles, la silice, l'alumine, la chaux, ne concernent que quatre paramètres sur onze. Les sept autres éléments ou paramètres n'ont pas posé de problèmes analytiques particuliers. Outre les solutions retenues pour les paramètres difficiles, que nous venons de décrire ci-dessus, il y a lieu de noter que nous avons fait un usage systématique du contrôle gravimétrique, tant au niveau de la préparation des solutions à analyser et à celle de leur dilution que de la préparation des solutions d'étalonnage des spectromètres ou titrateur. Ce mode de contrôle que nous préconisons depuis de nombreuses années [5] présente l'avantage décisif de nous affranchir des problèmes liés aux variations de température dont chacun sait qu'ils ne sont pas maîtrisables à l'échelle d'un laboratoire.

IV. Conclusions

Au rang des difficultés rencontrées au cours de cette étude, l'absence d'échantillon type de bétons, de composition connue, à partir de laquelle nous aurions pu vérifier nos analyses nous paraît en fin de compte la plus sérieuse. Les problèmes de reproductibilité des mises en solution, de même que ceux d'interférences en S. A. A. nous ont amenés à examiner de plus près les conditions opératoires et à améliorer quelques détails pratiques qui figurent désormais en bonne place dans nos procédures et modes opératoires. Bien que, faute d'étalons appropriés nous ne puissions en apporter formellement la preuve, nous estimons que les "parades" adoptées, notamment le contrôle gravimétrique de toutes les opérations de préparation de solution et d'étalonnage, ont permis d'améliorer sensiblement la qualité des résultats, dans le domaine qui nous était imparti.

V. Références

- 1- Voinovitch I. A, Barbaras R, Cohort G, Koelbel G, Legrand G, Louvrier J. "Analyse rapide des ciments ". Chimie Analytique, Vol 50, 6, juin 1968
- 2- Legrand G, Louvrier J, Voinovitch I.A. "Analyse des ciments par absorption atomique". Chimie analytique, Vol 50, 10, oct 1969
- 3- Sors M, Bouzanne M, "Analyse des ciments par spectrométrie d'absorption atomique." Bull. Liaison Labo. P. et Ch. - 88 - mars-avril 1977
- 4- Deloye F.X, " Analyse minéralogique, application aux bétons durcis en liaison avec la pérennité des ouvrages. " Rapport LPC N° 83 , Paris , 1978
- 5- M. Bouzanne, "FAER 1.31.29.9. Modes d'altération des bétons. Dosage des alcalins, potassium, sodium, lithium, en vue de la détection précoce des phénomènes d'alcali-réaction." LREP Le Bourget.1981
- 6- Louvrier J., "Recueil de modes opératoires pour l'analyse des ciments, bétons, sols et roches et des matières pulvérulentes de peintures blanches". L.C.P.C , déc 85
- 7- Deloye F.X., "L'analyse des bétons durcis. Une méthode d'évaluation de l'état physico-chimique du matériau." FAER 1 63 24 4 , LCPC, Paris , Avril 1986
- 8 I.A Voïnovitch , "Analyse des sols roches et ciments ". Masson , Paris , 1988
- 9- I. A. Voinovitch, M. Druon, G.Legrand, J. Louvrier, M. Bouzanne, M. Sors, G. Friant, J. M Liagre, "Nouvelle approche de l'étude des interférences interéléments en spectrométrie d'absorption atomique avec flammes suivant la classification périodique." Spectrochim. Acta Part B , Vol 35B, N° 11/12 , (1980) , pages 807-821
- 10- Norme NF EN 196.2. "Analyse chimique des ciments". - Mars 1990
- 11- Norme NF P 98-107 Annexe A - Juillet 1991
- 12- Projet de méthode LPC N° 40 - 1994
- 13- "Méthode LREP M10", "Détermination de la teneur en carbonates par la méthode Schroedter modifié."

ANNEXE 3 : MESURES DIMENSIONNELLES

INCERTITUDE SUR LES MESURES PAR PFENDER (EXTENSOMÈTRE À BILLES)	276
1. Corrections d'étalonnage.....	276
2. Reproductibilité des mesures sur une base.....	279
3. Incertitude sur une base de mesure.....	279
4. Exploitation des résultats.....	279
INCERTITUDE SUR LES MESURES TRANSVERSALES	282
1. Corrections d'étalonnage.....	282
2. Reproductibilité des mesures ponctuelles.....	283
3. Incertitude sur une mesure ponctuelle.....	284
4. Exploitations des résultats.....	284
INCERTITUDE SUR LES MESURES PAR CORDES VIBRANTES	286
1. Incertitude sur le coefficient extensométrique d'une corde.....	286
2. Incertitude sur la mesure par corde (avec coefficient moyen).....	288
ISOTROPIE D'UN GONFLEMENT D'ORIGINE THERMIQUE, SUR ALUMINIUM ET SUR BÉTON	289
COMPARAISON PFENDER / RÉTRACTOMÈTRE	291

<p style="text-align: center;">INCERTITUDE SUR LES MESURES PAR PFENDER (EXTENSOMÈTRE À BILLES)</p>

Nous utilisons les mesures par Pfender pour calculer la déformation longitudinale moyenne des éprouvettes. Nous comparons la longueur moyenne de trois bases, solidaires de l'éprouvette, à la longueur d'une base étalon. Cette comparaison est effectuée à chaque échéance de mesure et la valeur obtenue lors de la première mesure est soustraite à chacune des valeurs ultérieures. Nous obtenons alors le déplacement moyen des billes. La distance initiale entre les billes étant connue, nous pouvons calculer la déformation de l'éprouvette.

L'incertitude sur cette déformation dépend de celles sur le **déplacement** et la **longueur de base**. L'incertitude sur le déplacement provient de l'étalonnage du pfender utilisé, de la reproductibilité des mesures dans les conditions réelles des essais, et de la résolution de notre appareil de lecture. L'incertitude sur la longueur de base provient du positionnement des plots d'extensométrie.

1. Corrections d'étalonnage

Nous avons étalonné le pfender en comparant la valeur qu'il délivre à la valeur mesurée par un capteur de référence. Nous avons ensuite effectué une régression linéaire pour obtenir un modèle de conversion permettant d'utiliser cet appareil pour la mesure de points autres que les points étalonnés.

Les sources d'incertitudes proviennent donc :

- 1) de l'incertitude sur le capteur de référence,
- 2) de la résolution de l'appareil de lecture utilisé,
- 3) de la répétabilité des mesures dans les conditions d'étalonnage,
- 4) de l'écart par rapport au modèle de conversion des mesures (erreur résiduelle de justesse).

L'étalonnage ayant été réalisé dans une salle climatisée, nous ne prendrons pas en compte d'autres grandeurs d'influence.

- 1) L'incertitude-type sur la référence a été déterminée grâce à un étalonnage de ce capteur. Sa valeur est $s_{ref} = 0,8 \mu\text{m}$.
- 2) L'appareil de lecture est numérique, sa résolution est de 1 micromètre. L'incertitude-type due à la lecture est donc : $u_{Lecture} = \frac{1}{2\sqrt{3}} \mu\text{m} = 0,29 \mu\text{m}$ (loi rectangulaire).
- 3) La répétabilité des mesures en conditions d'étalonnage a été obtenue en calculant l'écart-type de 10 séries de mesures en 21 points d'étalonnage. Le tableau suivant récapitule les résultats.

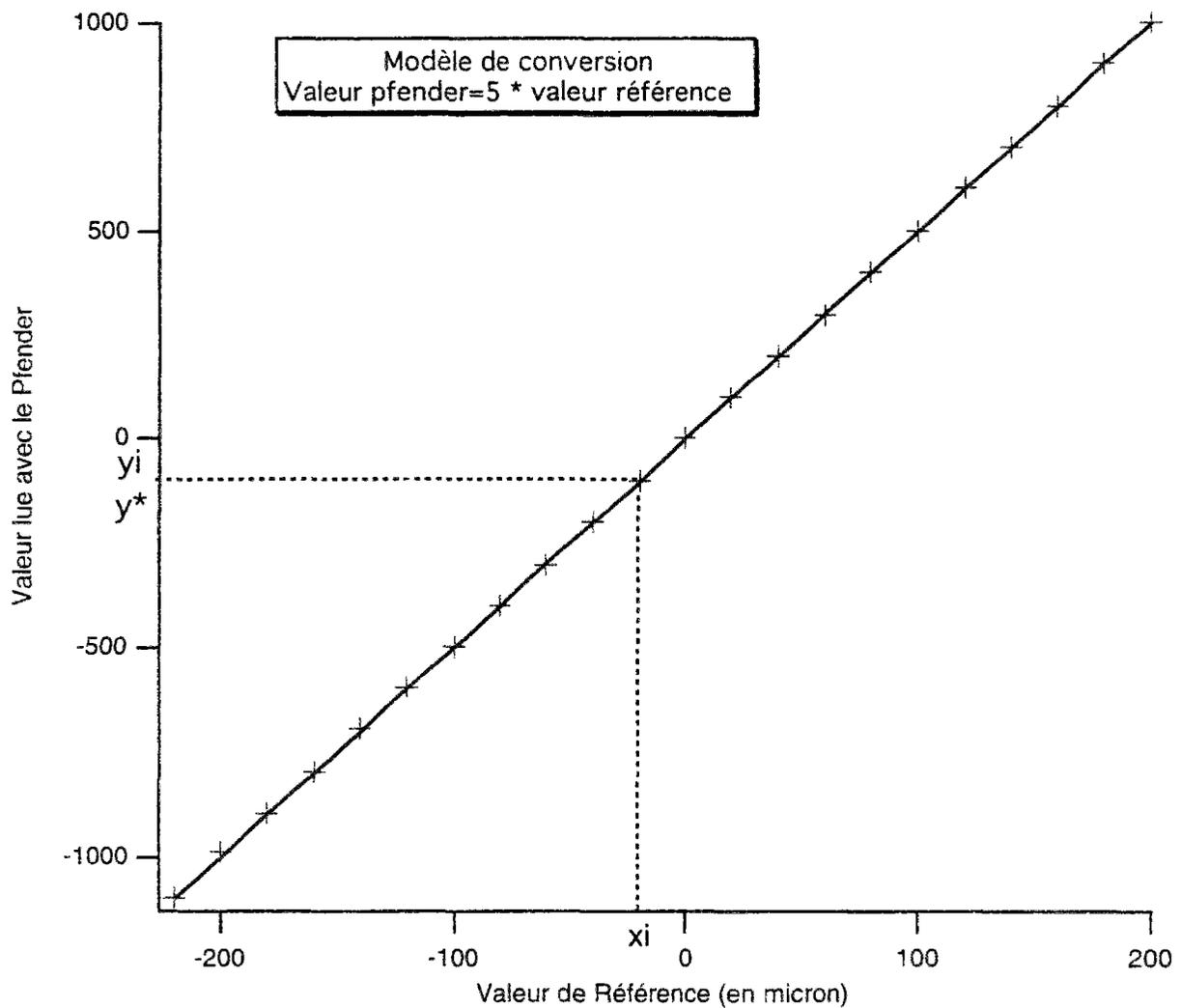
Réf.	Pfender	Mes. 1	Mes. 2	Mes. 3	Mes. 4	Mes. 5	Mes. 6	Mes. 7	Mes. 8	Mes. 9	Mes. 10	moyenne	écart type
0	Point 1	-1098	-1098	-1099	-1099	-1097	-1097	-1097	-1096	-1097	-1098	-1097.60	0.97
-20	Point 2	-993	-989	-992	-991	-992	-992	-992	-992	-992	-992	-991.70	1.06
-40	Point 3	-897	-897	-897	-896	-896	-897	-896	-895	-897	-898	-896.60	0.84
-60	Point 4	-797	-797	-795	-798	-796	-798	-797	-797	-798	-798	-797.10	0.99
-80	Point 5	-696	-698	-698	-697	-697	-696	-696	-696	-695	-696	-696.50	0.97
-100	Point 6	-597	-597	-599	-599	-599	-597	-599	-599	-601	-599	-598.60	1.26
-120	Point 7	-500	-499	-500	-500	-498	-500	-501	-501	-500	-501	-500.00	0.94
-140	Point 8	-403	-402	-402	-404	-401	-401	-401	-401	-401	-400	-401.60	1.17
-160	Point 9	-301	-303	-303	-300	-302	-302	-301	-302	-302	-302	-301.80	0.92
-180	Point 10	-199	-199	-198	-199	-198	-198	-199	-198	-198	-198	-198.40	0.52
-200	Point 11	-103	-101	-100	-99	-100	-100	-100	-100	-101	-102	-100.60	1.17
-220	Point 12	0	3	2	0	0	0	0	-3	0	-2	0.00	1.70
-240	Point 13	97	101	95	99	96	100	101	100	101	100	99.00	2.21
-260	Point 14	198	199	199	196	199	198	198	200	197	202	198.60	1.65
-280	Point 15	299	298	298	299	296	298	297	296	301	299	298.10	1.52
-300	Point 16	396	395	403	395	395	399	401	399	399	395	397.70	2.91
-320	Point 17	496	499	497	498	502	499	501	498	504	498	499.20	2.44
-340	Point 18	598	602	602	603	603	600	599	600	599	603	600.90	1.91
-380	Point 19	796	802	799	802	801	802	798	801	800	799	800.00	2.00
-400	Point 20	898	902	899	900	905	897	899	902	897	903	900.20	2.70
-420	Point 21	997	994	1001	1000	1001	995	999	997	994	994	997.20	2.90

Tableau An. 3. 1 : Répétabilité des mesures de Pfender en conditions d'étalonnage

Nous avons réalisé un test d'homogénéité des variances (test de Cochran) qui montre

que l'on peut retenir comme estimateur de l'écart-type $u_{répétabilité} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{21} u_i^2}{21}} = 1,71 \mu\text{m}$ où u_i est l'écart-type au point i .

- 4) L'erreur résiduelle de justesse est obtenue en calculant l'écart-type des résidus de conversion et en la pondérant par un coefficient dépendant du nombre de points d'étalonnage. Le graphe suivant montre les écarts entre le modèle et les points d'étalonnage.



L'écart-type des résidus est $u = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{21} (y_i - y_i^*)^2}{19}} = 2,54 \mu\text{m}$.

On multiplie cette valeur par un coefficient pondérateur γ , dépendant du nombre de points d'étalonnage. La valeur tabulée de γ pour 21 points est de 0,4213. On obtient donc comme écart-type dû au modèle de conversion $u_{\text{mod}}^* = 1,07 \mu\text{m}$.

Ces sources d'incertitude sont indépendantes. L'incertitude sur la correction d'étalonnage est donc obtenue par la relation :

$$u_{\text{Cor. étal}} = \sqrt{u_{\text{réf.}}^2 + u_{\text{Lecture}}^2 + u_{\text{répétabilité}}^2 + u_{\text{mod}}^{*2}}$$

soit

$$u_{\text{Cor. étal}} = \sqrt{0,8^2 + 0,29^2 + 1,7^2 + 1,07^2} = 2,2 \mu\text{m}$$

Nous avons ensuite réalisé une étude plus poussée de la reproductibilité des mesures, dans les conditions réelles d'exécution des opérations. L'opérateur ayant effectué l'étalonnage étant l'un des opérateurs des essais de reproductibilité, nous excluons de la correction d'étalonnage l'incertitude due à la répétabilité. Nous retiendrons donc comme incertitude-type pour la correction d'étalonnage :

$$u_{\text{Cor. étal}}^* = \sqrt{u_{\text{réf.}}^2 + u_{\text{Lecture}}^2 + u_{\text{mod}}^2} = 1,4 \mu\text{m}$$

2. Reproductibilité des mesures sur une base

Plusieurs séries de mesures ont été réalisées, à 23 et 38°C, par tous les intervenants de cette étude. On ne peut pas comparer base par base les mesures effectuées par les différentes personnes. En effet, l'appareillage est sensible à la force appliquée lors de la mesure. Par contre, l'étalon permet de s'affranchir de ces différences. La reproductibilité a donc été étudiée sur la différence ($\Delta G = \text{génératrice} - \text{étalon}$). Les résultats sont récapitulés dans le tableau suivant où les valeurs sont directement celles délivrées par le capteur du Pfender, avant application de tout modèle de conversion.

	série 1	série 2	série 3	série 4	série 5	série 6	série 7	série 8	série 9
Température	23	23	23	23	38	38	38	38	38
Nombre de mesures	12	21	20	90	12	12	19	20	90
Nombre d'opérateurs	1	5	5	5	1	5	5	5	5
s(génératrice - étalon)	4,3	3,4	4,8	4,6	2,4	1,8	5,6	6,6	5,6

Tableau An. 3. 2 : Reproductibilité des mesures de Pfender dans les conditions réelles (en micromètres)

Nous avons retenu, comme valeur commune pour les deux températures, l'écart-type maximal, soit $u_{\text{reproductibilité}} = 6,6$ micromètres. Cette valeur est, fort logiquement, sensiblement supérieure à celle de la répétabilité dans les conditions d'étalonnage (1,71 μm).

3. Incertitude sur une base de mesure

L'incertitude globale sur la mesure d'une base, $u_{\Delta G}$, est composée des incertitudes dues à la reproductibilité, à la correction d'étalonnage et la lecture. La première fait intervenir la mesure de deux bases pour chacune desquelles on commet une erreur due à la correction d'étalonnage et à la lecture. On a donc :

$$u_{\Delta G}^2 = u_{\text{reproductibilité}}^2 + 2 \times u_{\text{Cor. étalonnage}}^2 + 2 \times u_{\text{Lecture}}^2$$

On obtient finalement $u_{\Delta G} = \sqrt{6,6^2 + 2 \times 1,4^2 + 2 \times 0,29^2} = 6,9 \mu\text{m}$.

4. Exploitation des résultats

Nous exploitons les résultats de deux façons : la première consiste à comparer les mesures longitudinales obtenues sur une même éprouvette ; la seconde vise à comparer les gonflements longitudinaux **moyens** de plusieurs éprouvettes.

1) Mesures ponctuelles de déplacement

La valeur, au jour j , de la variation de longueur de la i ème génératrice, ΔL_i , est calculée à partir de la mesure de l'écart $\Delta G_i = G_i - E$ entre sa i ème génératrice, G_i , et l'étalon, E , comparé aux mêmes mesures, au jour 0 :

$$\Delta L_i = \frac{1}{5} (\Delta G_i(j) - \Delta G_i(0))$$

On calcule à partir de cette formule les coefficients de sensibilité qui seront appliqués pour la propagation des incertitudes.

$$d(\Delta L_i) = \frac{\partial(\Delta L_i)}{\partial(\Delta G_i(j))} d(\Delta G_i(j)) + \frac{\partial(\Delta L_i)}{\partial(\Delta G_i(0))} d(\Delta G_i(0))$$

On obtient ainsi des coefficients de sensibilité, tous égaux à :

$$a = \left| \frac{\partial(\Delta L_i)}{\partial(\Delta G_i(j))} \right| = \left| \frac{\partial(\Delta L_i)}{\partial(\Delta G_i(0))} \right| = \frac{1}{5} \text{ m}^{-1}$$

La composition des variances se fait selon la formule :

$$u_{\Delta L_i}^2 = 2 a^2 \cdot u_{\Delta G}^2 = \frac{2}{5^2} \cdot 6,9^2 \text{ soit } u_{\Delta L_i} = 1,95 \text{ } \mu\text{m}..$$

2) Mesures moyennes de déplacement

La valeur moyenne des déplacements longitudinaux d'une éprouvette est calculée à partir des mesures sur trois génératrices, pour lesquelles les erreurs sont indépendantes :

$$\Delta L = \frac{1}{3} \times \sum_{i=1}^3 \Delta L_i$$

À partir de cette formule, on obtient les coefficients de sensibilité appliqués pour la propagation des incertitudes. Ils sont tous égaux à 1/3.

La composition des variances se fait selon la formule :

$$u_{\Delta L}^2 = \frac{3}{3^2} \cdot u_{\Delta L_i}^2 = \frac{1}{3} \times 1,95^2 \text{ soit } u_{\Delta L} = 1,1 \text{ } \mu\text{m}..$$

3) Calcul des déformations

Conventionnellement, on calcule la déformation, \mathcal{E} , en rapportant ce déplacement à la longueur initiale entre les billes, L :

$$\mathcal{E} = \frac{\Delta L}{L}.$$

Lorsqu'on compare deux éprouvettes, on doit donc tenir compte de l'incertitude sur la mesure de ΔL et de celle la longueur de base L , qui varie d'une éprouvette à l'autre. Comme précédemment, on calcule les coefficients de sensibilité appliqués aux deux sources d'incertitude.

$$d\varepsilon = \frac{\partial \varepsilon}{\partial (\Delta L)} d(\Delta L) + \frac{\partial \varepsilon}{\partial L} dL$$

$$d\varepsilon = \frac{1}{L} d(\Delta L) - \frac{\Delta L}{L^2} dL$$

d'où les coefficients :

$$c = \frac{1}{L} = 10 \text{ m}^{-1} \text{ et } d = \frac{\Delta L}{L} \times \frac{1}{L} = 4 \cdot 10^{-3} \times 10 = 4 \cdot 10^{-2} \text{ m}^{-1}$$

Le coefficient d a été majoré en prenant une valeur de $\frac{\Delta L}{L} = 0,4\%$ – valeur qui n'est jamais dépassée par nos éprouvettes. La règle de composition des variances s'applique comme suit :

- Pour les mesures ponctuelles :

$$u_{\varepsilon_i}^2 = c^2 \times u_{\Delta L_i}^2 + d^2 \times u_L^2 = 10^2 \times 1,95^2 + (4 \cdot 10^{-2})^2 \times 50^2 \text{ soit } u_{\varepsilon_i} = 19,6 \text{ } \mu\text{m/m}$$

Nous avons considéré que $u_L = 50$ micromètres est un majorant de l'incertitude sur la longueur de base car le collage des plots est fait sous le contrôle d'une première mesure par pfender, dans une plage de ± 250 points autour du zéro de l'étalon métal.

- Pour les mesures moyennes :

$$u_{\varepsilon}^2 = c^2 \times u_{\Delta L}^2 + d^2 \times u_L^2 = 10^2 \times 1,1^2 + (4 \cdot 10^{-2})^2 \times 50^2 \text{ soit } u_{\varepsilon} = 11,2 \text{ } \mu\text{m/m}$$

On remarque que l'incertitude introduite par la variabilité de la longueur de base est négligeable par rapport à celle introduite par la mesure des déplacements.

L'incertitude-type sur la déformation longitudinale moyenne est de $u_{\varepsilon} = 11,2 \text{ } \mu\text{m/m}$; sur une mesure de déformation ponctuelle, elle est de $19,6 \text{ } \mu\text{m/m}$.

Les incertitudes seront matérialisées sur les graphes de résultats par des **incertitudes élargies** (à $k=1,96$), représentées sous forme de "barre d'erreur" et correspondant à une probabilité de 95% d'encadrer la valeur vraie, dans l'hypothèse d'une distribution normale des résultats.

L'incertitude élargie sur la valeur moyenne sera de $\pm 22 \text{ } \mu\text{m/m}$; elle sera de $\pm 38 \text{ } \mu\text{m/m}$ pour une mesure ponctuelle.

INCERTITUDE SUR LES MESURES TRANSVERSALES

Remarque préliminaire : Le gonflement diamétral est mesuré à trois hauteurs, réparties sur 7 cm dans la partie centrale de l'éprouvette et en 10 positions angulaires différentes, c'est-à-dire en trente points distincts. En chacun de ces points, une mesure est la moyenne des deux dernières valeurs des deux séries de trois cycles.

Pour une éprouvette donnée, sauf mention contraire, on utilise comme valeur du gonflement transversal, la moyenne des trente mesures ponctuelles. En fait, un certain nombre de points donnent des valeurs aberrantes (défauts locaux de la surface de l'éprouvette) ; ces valeurs sont exclues de la moyenne. Leur nombre est très variable suivant les éprouvettes : de 0 à 10, jamais plus, souvent 5 ou 6. Dans le pire des cas, la moyenne est donc calculée au moins sur 20 valeurs.

Comme pour les mesures par Pfender, l'incertitude sur la déformation dépend de l'incertitude sur le déplacement et sur la longueur de base. L'incertitude sur le déplacement provient de l'étalonnage des capteurs utilisés, de la reproductibilité des mesures, dans les conditions réelles des essais, et de la résolution de l'appareil de lecture.

1. Corrections d'étalonnage

La mesure diamétrale est obtenue par simple addition des valeurs directement délivrées par deux capteurs diamétralement opposés. Les sources d'incertitudes sont donc :

- 1) l'incertitude sur chacun des capteurs,
- 2) la résolution de l'appareil de lecture,
- 3) la répétabilité des mesures dans les conditions d'étalonnage.

1) L'incertitude-type due à chaque capteur a été obtenue par étalonnage, elle est égale à $u_{\text{Capt}} = 0,8 \mu\text{m}$.

2) L'incertitude-type due à la résolution de l'appareil de lecture est calculée avec la loi rectangulaire. Pour la résolution de 1 micromètre du BPI utilisé, sa valeur est :

$$u_{\text{Lect}} = \frac{1}{2\sqrt{3}} = 0,29 \mu\text{m}.$$

3) La répétabilité des mesures n'a pas été prise en compte dans les corrections d'étalonnage car une étude plus complète de la reproductibilité a été effectuée dans les conditions réelles de mesure, avec tous les opérateurs habituels.

On retiendra la valeur de l'incertitude due à la correction d'étalonnage, abstraction faite de la répétabilité des mesures :

$$u_{\text{Cor. étal}}^* = \sqrt{u_{\text{Capt}}^2 + u_{\text{Lect}}^2} = \sqrt{0,8^2 + 0,29^2} = 0,85 \mu\text{m}.$$

2. Reproductibilité des mesures ponctuelles

Cette étude a été effectuée dans les salles d'essais à 23°C et .8°C, par tous les opérateurs habituels. Toutes les mesures ont été faites par comparaison avec l'étalon de référence, comme pour les mesures réelles.

Les séries de mesures ont été réalisées dans les conditions de fonctionnement des appareils, à l'exception des conditions de conservation de l'éprouvette mesurée. En effet, dans la pratique habituelle, cette dernière sort d'une enceinte humide et y retourne aussitôt après sa procédure complète de suivi. Si nous avons utilisé une telle éprouvette pour les essais de reproductibilité, le retrait, lors du séchage, aurait biaisé les résultats. Nous avons donc travaillé avec une éprouvette âgée et sèche, et nous avons vérifié par ailleurs qu'il n'y a pas de dérive lors d'une mesure sur une éprouvette sortant d'une enceinte d'humide (il faut près de 45 mn pour voir "bouger le premier micron" alors qu'une mesure dure un quart d'heure...).

Les résultats sont récapitulés dans le tableau suivant.

	série 1	série 2	série 3	série 4	série 5	série 6	série 7	série 8
Température	23	23	23	23	23	38	38	38
Nombre de mesures	13	11	10	19	20	11	19	20
Nombre d'opérateurs	1	1	1	5	5	1	5	5
Écart-type	1,1	1,8	1,3	1,3	1,7	1,5	1,5	1,8

Tabl. An. 3. 3 : Reproductibilité des mesures diamétrales ponctuelles dans les conditions réelles (en micromètres)

On remarque que l'écart-type des différentes séries n'augmente pas avec le nombre d'intervenants. Ceci montre que l'opérateur a très peu d'influence sur le résultat. Ceci est particulièrement intéressant dans un cas comme le nôtre où plusieurs opérateurs effectuent régulièrement des mesures.

Nous avons retenu l'écart-type maximal des huit séries de mesures. L'incertitude-type due à la reproductibilité vaut donc : $u_{\text{repro}} = 1,8 \mu\text{m}$.

3. Incertitude sur une mesure ponctuelle

L'incertitude globale sur un déplacement diamétral ponctuel est composée des incertitudes dues à la reproductibilité, à la correction d'étalonnage et à la lecture. Chaque mesure ponctuelle est la différence entre une mesure sur éprouvette et une mesure sur cylindre de référence. L'incertitude sur la reproductibilité prend déjà en compte la différence entre ces deux valeurs, par contre il faut compter deux fois les incertitudes dues à la correction d'étalonnage et à la lecture, car elles interviennent de façon indépendante sur l'éprouvette et l'étalon. On a donc :

$$u_{\text{ponctuelle}} = \sqrt{(u_{\text{repro}})^2 + 2 \times (u_{\text{Cor. éta}}^*)^2 + 2 \times (u_{\text{lect}})^2} = \sqrt{1,8^2 + 2 \times 0,85^2 + 2 \times 0,29^2} = 2,2 \text{ } \mu\text{m}$$

4. Exploitations des résultats

Nous effectuons deux types d'exploitation des résultats : la première consiste à comparer les mesures diamétrales obtenues sur une même éprouvette ; la seconde vise à comparer les gonflements diamétraux **moyens** de plusieurs éprouvettes.

1) Mesure de déplacement diamétral ponctuel

Chaque mesure dans la ième position du robot est obtenue en soustrayant à la valeur du jour j celle du jour "zéro" :

$$\Delta L_{\text{jour } j}^{\text{pos } i} = L_{\text{jour } j}^{\text{pos } i} - L_{\text{jour } 0}^{\text{pos } i}$$

Les variances sur ces deux mesures s'ajoutent et l'estimateur de l'écart-type est donc :

$$u_{\Delta L_{\text{jour } j}^{\text{pos } i}} = \sqrt{2(u_{\text{ponctuelle}})^2} = \sqrt{2 \times 2,2^2} = 3,1 \text{ } \mu\text{m}$$

2) Mesure de déplacement moyenne

Chaque mesure moyenne est obtenue à partir des mesures ponctuelles **validées** :

$$\begin{aligned} \Delta L_{\text{jour } j}^{\text{moyen}} &= L_{\text{jour } j}^{\text{moyen}} - L_{\text{jour } 0}^{\text{moyen}} \\ &= \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n L_{\text{jour } j}^{\text{pos } i} - \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m L_{\text{jour } 0}^{\text{pos } i} \end{aligned}$$

où n et m représentent respectivement le nombre de mesures ponctuelles validées les jour j et 0.

On majore l'incertitude en minorant n et m par 20, car on fait toujours la moyenne sur au moins 20 valeurs (voir remarque préliminaire) :

$$\Delta L_{\text{jour } j}^{\text{moyen}} = \frac{1}{20} \left(\sum_{i=1}^{20} L_{\text{jour } j}^{\text{pos } i} - \sum_{k=1}^{20} L_{\text{jour } 0}^{\text{pos } k} \right)$$

L'incertitude sur une mesure moyenne de déplacement est donc égale à :

$$u_{\Delta L_{\text{jour } j}^{\text{moyen}}} = \sqrt{40 \times \frac{1}{20^2} \times (u_{\text{ponctuelle}})^2} = \sqrt{\frac{1}{10} \times 2,2^2} = 0,7 \text{ } \mu\text{m}.$$

Calcul des déformations :

Nous avons calculé la déformation diamétrale des éprouvettes en rapportant le déplacement mesuré au diamètre initial des éprouvettes de 13 cm. La valeur précise de ce diamètre initial dépend de l'usinage des moules. La tolérance de fabrication est de $\pm 0,1$ mm.

Avec $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L}$, on a :

$$d\varepsilon = \frac{\partial \varepsilon}{\partial (\Delta L)} d(\Delta L) + \frac{\partial \varepsilon}{\partial L} dL$$

$$d\varepsilon = \frac{1}{L} d(\Delta L) - \frac{\Delta L}{L^2} dL$$

d'où les coefficients :

$$c = \frac{1}{L} = \frac{1}{0,13} = 7,7 \text{ m}^{-1} \text{ et } d = \frac{\Delta L}{L} \times \frac{1}{L} = 2 \cdot 10^{-3} \times \frac{1}{0,13} = 1,5 \cdot 10^{-2} \text{ m}^{-1}$$

Le coefficient d a été majoré en prenant une valeur de $\frac{\Delta L}{L} = 0,2\%$ – valeur qui n'est jamais dépassée par nos éprouvettes. La règle de composition des variances s'applique comme suit,

pour les déformations ponctuelles :

$$u_{\varepsilon_{\text{ponctuelle}}}^2 = c^2 \times u_{\Delta L_{\text{jour } j}^{\text{pos } i}}^2 + d^2 \times u_L^2 = 7,7^2 \times 3,1^2 + (1,5 \cdot 10^{-2})^2 \times 100^2 \text{ soit } u_{\varepsilon_{\text{ponctuelle}}} = 23,9 \text{ } \mu\text{m}/\text{r}$$

pour les déformations moyennes :

$$u_{\varepsilon_{\text{moyenne}}}^2 = c^2 \times u_{\Delta L_{\text{jour } j}^{\text{moyen}}}^2 + d^2 \times u_L^2 = 7,7^2 \times 0,7^2 + (1,5 \cdot 10^{-2})^2 \times 100^2 \text{ soit } u_{\varepsilon_{\text{moyenne}}} = 5,6 \text{ } \mu\text{m}/\text{m}$$

L'incertitude-type sur la déformation transversale moyenne est de $\pm 5,6 \text{ } \mu\text{m}/\text{m}$; sur une déformation transversale ponctuelle, elle est de $\pm 23,9 \text{ } \mu\text{m}/\text{m}$.

L'incertitude élargie (à $k=1,96$) est de $\pm 11 \text{ } \mu\text{m}/\text{m}$ sur la valeur moyenne, de $\pm 47 \text{ } \mu\text{m}/\text{m}$ sur une valeur ponctuelle .

INCERTITUDE SUR LES MESURES PAR CORDES VIBRANTES
1. Incertitude sur le coefficient extensométrique d'une corde

La valeur du coefficient extensométrique K est obtenue par la formule :

$$K = \frac{1}{l_0 \times 625 \cdot 10^{-5}} \frac{\Delta L}{(f^2 - f_0^2)}$$

où : l_0 est la longueur initiale de la corde

f_0 la mesure de sa fréquence initiale

f la mesure de sa fréquence après allongement de ΔL .

On obtient donc les coefficients de sensibilité en différentiant K par rapport à ΔL , f_0 , et f (l_0 est fixe pour un capteur donné) :

$$dK = \frac{\partial K}{\partial \Delta L} d(\Delta L) + \frac{\partial K}{\partial f} df + \frac{\partial K}{\partial f_0} df_0$$

$$dK = \underbrace{\frac{1}{l_0 \cdot 625 \cdot 10^{-5}} \cdot \frac{1}{f^2 - f_0^2}}_{c_1} d(\Delta L) - \underbrace{\frac{\Delta L}{l_0 \cdot 625 \cdot 10^{-5}} \cdot \frac{2f}{(f^2 - f_0^2)^2}}_{c_2} df + \underbrace{\frac{\Delta L}{l_0 \cdot 625 \cdot 10^{-5}} \cdot \frac{2f_0}{(f^2 - f_0^2)^2}}_{c_3} df_0$$

Les coefficients de sensibilité sont calculés à partir des fréquences utilisées pour l'étalonnage:

$f = 1\,300$ Hz,

$f_0 = 800$ Hz,

qui correspondent à un allongement de $\Delta L = 93 \mu\text{m}$ de la corde.

La longueur initiale de la corde est donnée par le constructeur : $l_0 = 83,5$ mm.

On obtient :

$$C_1 = 1,82 \cdot 10^{-3} \text{ s}^2\text{m}^{-1}$$

$$C_2 = 4 \cdot 10^{-10} \text{ s}^3$$

$$C_3 = 2,6 \cdot 10^{-10} \text{ s}^3$$

Les incertitudes sur les fréquences étant corrélées, la composition des variances s'opère de la façon suivante :

$$u_K^2 = C_1^2 u_{\Delta L}^2 + \left(C_2 u_f + C_3 u_{f_0} \right)^2$$

avec : u_K l'incertitude sur le coefficient extensométrique,

$u_{\Delta L}$ l'incertitude sur la mesure de déplacement

$u_f = u_{f_0}$ les incertitudes sur la mesure des fréquences f et f_0 .

On connaît $u_{\Delta L}$ par l'étalonnage du capteur de référence ($s_{\text{Capt}} = 0,8 \mu\text{m}$) et la résolution de l'appareil de lecture ($0,1 \mu\text{m}$ dans cette gamme de déplacement). On a

$$\text{donc : } u_{\Delta L} = \sqrt{0,8^2 + \left(\frac{0,1}{2\sqrt{3}} \right)^2} = 0,8 \mu\text{m}.$$

On connaît u_f et u_{f_0} car on peut évaluer l'erreur relative sur la mesure de fréquence.

En effet, nous avons calculé la fréquence à partir de la mesure d'un temps sur 100 périodes de signal :

$$f = \frac{1}{100 n t_0} \text{ où } n \text{ est le nombre d'impulsions et } t_0 \text{ la base de temps.}$$

Nous avons utilisé une base de temps à quartz de précision 10^{-4} . À cette précision s'ajoute un bruit de signal sur n de distribution normale et d'écart-type 10^{-5} .

L'incertitude relative sur f est donc obtenue par :

$$\frac{u_f}{f} = \sqrt{\left(\frac{u_{t_0}}{t_0} \right)^2 + \left(\frac{u_n}{n} \right)^2} = \sqrt{(10^{-4})^2 + (10^{-5})^2} = 10^{-4}$$

Pour $f=1300 \text{ Hz}$, $u_f = 0,13 \text{ Hz}$: Pour $f_0= 800 \text{ Hz}$, $u_{f_0} = 0,08 \text{ Hz}$.

On peut donc calculer l'incertitude-type sur le coefficient extensométrique. On obtient $u_K = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^2$. La source prépondérante d'incertitude est la mesure de déplacement.

2. Incertitude sur la mesure par corde (avec coefficient moyen)

Suite à la détermination des coefficients extensométriques de tous nos capteurs, nous avons décidé de calculer les déformations des éprouvettes en utilisant un coefficient extensométrique moyen. Sa valeur est de $\bar{K} = 0,170 \text{ s}^2$. L'écart-type sur cette valeur est $u_{\bar{K}} = 0,002 \text{ s}^2$.

Nous calculons la déformation des éprouvettes à partir de la formule :

$$\frac{\Delta L}{L} = \alpha \bar{K} (f^2 - f_0^2) \quad \text{avec} \quad \alpha = 625 \cdot 10^{-5}.$$

En différenciant cette expression, on calcule les coefficients de sensibilité appliqués pour la propagation des incertitudes :

$$d\mathcal{E} = \frac{\partial \mathcal{E}}{\partial \bar{K}} d\bar{K} + \frac{\partial \mathcal{E}}{\partial f} df + \frac{\partial \mathcal{E}}{\partial f_0} df_0$$

$$d\mathcal{E} = \underbrace{\alpha (f^2 - f_0^2)}_{C_1} d\bar{K} + \underbrace{2\alpha \bar{K} f}_{C_2} df + \underbrace{2\alpha \bar{K} f_0}_{C_3} df_0$$

On majore les coefficients de sensibilité en prenant pour f la valeur maximale mesurée ($f=1\,400 \text{ Hz}$) et pour f_0 la valeur initiale la plus faible ($f_0=800 \text{ Hz}$).

On obtient :

$$C_1 = 8\,250 \text{ s}^{-2}$$

$$C_2 = 3,0 \text{ s}$$

$$C_3 = 1,7 \text{ s}.$$

Les incertitudes sur la fréquence et la fréquence initiale étant liées, la propagation des incertitudes se fait selon la formule :

$$u_{\mathcal{E}}^2 = C_1^2 u_{\bar{K}}^2 + \left(C_2 u_f + C_3 u_{f_0} \right)^2.$$

Nous avons vu dans le paragraphe précédent le calcul des incertitudes sur les fréquences. Nous avons donc :

$$u_f = 0,14 \text{ Hz} \quad \text{et} \quad u_{f_0} = 0,08 \text{ Hz}.$$

D'où la valeur de

$$u_{\mathcal{E}} = \sqrt{8250^2 \times 0,002^2 + (3 \times 0,14 + 1,7 \times 0,08)^2} = 16,5 \text{ } \mu\text{m/m}.$$

L'incertitude-type sur la mesure de déformation par corde vibrante est de $16,5 \text{ } \mu\text{m/m}$. L'incertitude élargie (à $k=1,96$) est de $\pm 32 \text{ } \mu\text{m/m}$.

ISOTROPIE D'UN GONFLEMENT D'ORIGINE THERMIQUE, SUR ALUMINIUM ET SUR BÉTON
--

Un cylindre en aluminium a été mesuré, longitudinalement et transversalement, à "froid" (entre 22 et 23°C) puis à chaud (à une température $\theta = 37^\circ\text{C}$), après un temps suffisant pour que l'équilibre thermique soit atteint. Pour que les résultats soient comparables, toutes les mesures transversales ont été effectuées sur un même robot (même étalon, même repositionnement angulaire). La mesure transversale ne tient compte que du premier cycle de rotation du robot car la mesure, dans la salle "chaude", du cylindre conservé "à froid", est ainsi suffisamment rapide pour ne pas être faussée par la dilatation de ce cylindre lors de sa mesure. Les résultats obtenus sont les suivants :

essai 1 :	$\Delta\theta=14^\circ\text{C}$	déf. longitudinale : 336 $\mu\text{m}/\text{m}$	déf. transversale : 332 $\mu\text{m}/\text{m}$
essai 2 :	$\Delta\theta=14^\circ\text{C}$	déf. longitudinale : 325 $\mu\text{m}/\text{m}$	déf. transversale : 307 $\mu\text{m}/\text{m}$
essai 3 :	$\Delta\theta=15^\circ\text{C}$	déf. longitudinale : 360 $\mu\text{m}/\text{m}$	déf. transversale : 360 $\mu\text{m}/\text{m}$
essai 4 :	$\Delta\theta=15^\circ\text{C}$	déf. longitudinale : 350 $\mu\text{m}/\text{m}$	déf. transversale : 360 $\mu\text{m}/\text{m}$

Le coefficient de dilatation thermique de l'aluminium étant de 22 à 24 $10^{-6}/\text{K}$, la déformation attendue est de 308 à 330 $\mu\text{m}/\text{m}$ pour une variation de température $\Delta\theta=14^\circ\text{C}$ et de 336 à 360 $\mu\text{m}/\text{m}$ pour $\Delta\theta=15^\circ\text{C}$. Les déformations mesurées sont donc tout à fait en accord avec les propriétés connues de ce matériau. On remarque également que l'isotropie de son gonflement est très bien vérifiée (écart inférieur à 6%).

Les mêmes opérations ont été réalisées sur un cylindre de béton et donnent les résultats suivants :

essai 1 :	$\Delta\theta=14^\circ\text{C}$	déf. longitudinale : 107 $\mu\text{m}/\text{m}$	déf. transversale : 130 $\mu\text{m}/\text{m}$
essai 2 :	$\Delta\theta=14^\circ\text{C}$	déf. longitudinale : 128 $\mu\text{m}/\text{m}$	déf. transversale : 116 $\mu\text{m}/\text{m}$
essai 3 :	$\Delta\theta=15^\circ\text{C}$	déf. longitudinale : 162 $\mu\text{m}/\text{m}$	déf. transversale : 132 $\mu\text{m}/\text{m}$

Ceci permet de calculer le coefficient de dilatation du béton. On obtient des valeurs variant entre 7,6 et 10,8 10^{-6} K^{-1} , tout à fait habituelles pour un béton de granulats calcaires comme celui de cette étude [Le Roy. 1996]. La répétabilité des mesures est moins bonne sur béton que sur aluminium ; l'isotropie est aussi moins flagrante. Les écarts entre déformations longitudinales et transversales peuvent atteindre 20%.

Mesures transversales :

Le robot de mesure mis au point pour cette étude est bien adapté au suivi des déformations transversales de cylindres.

On retrouve les valeurs attendues pour des gonflements d'origine thermique.

L'isotropie de ce phénomène est bien vérifiée.

Le coefficient de dilatation de notre béton (formulation TT) est de l'ordre de $9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

COMPARAISON PFENDER / RÉTRACTOMÈTRE

L'objectif de ce paragraphe est de comparer les résultats obtenus par mesure de gonflement longitudinal au pfender et au rétractomètre. Douze prismes 7x7x28 normalisés, coulés en deux séries, ont été conservés en réacteur à 38°C et mesurés simultanément avec ces deux méthodes. Le graphe suivant illustre les résultats obtenus pour la première série d'éprouvettes et montre en parallèle leur prise d'eau.

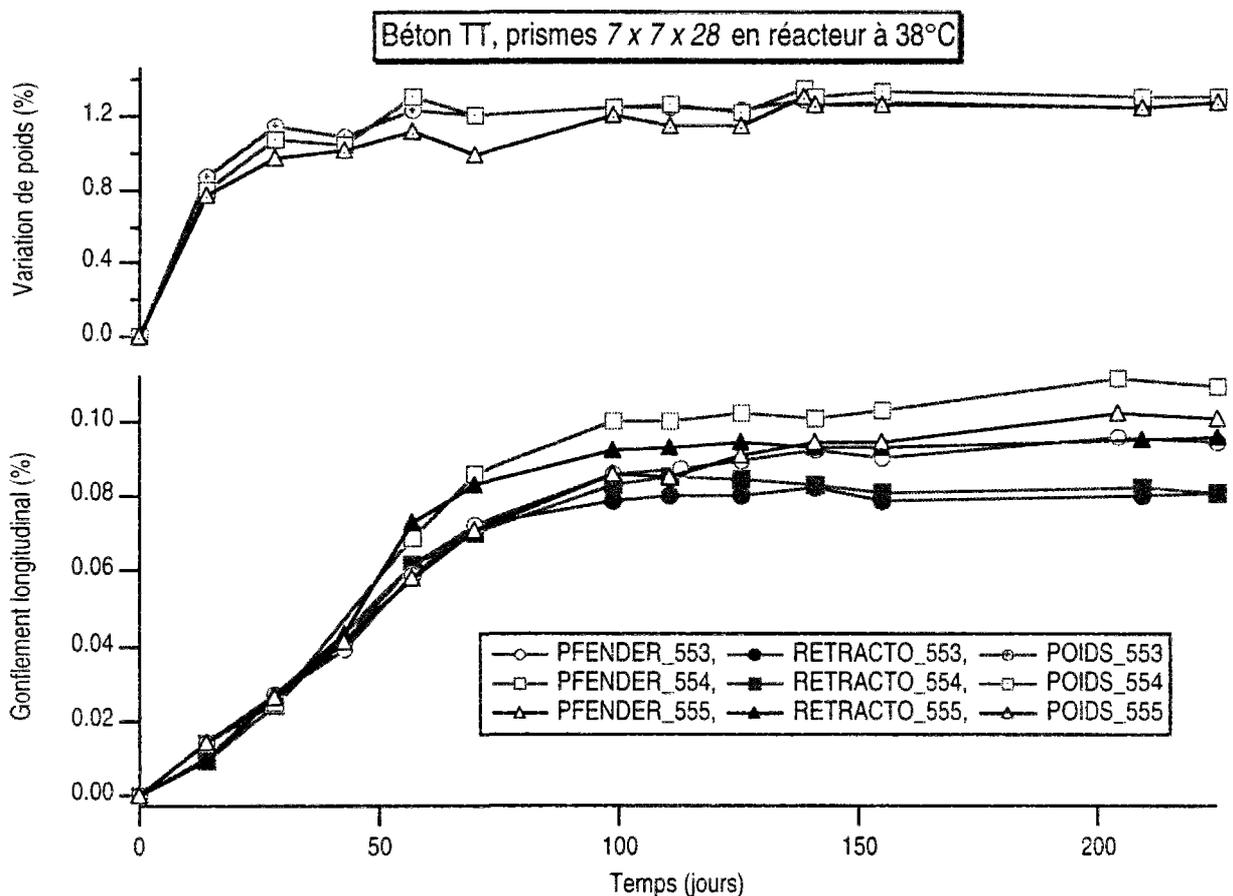


Fig. An .3. 1: Comparaison des mesures de longueur au pfender et au rétractomètre

Les mesures se sont déroulées dans les mêmes conditions pour les deux méthodes : après refroidissement des éprouvettes, à 20°C.

On constate sur la figure An. 3. 1 que, pour des éprouvettes dont les prises de poids sont très voisines, l'accord entre les mesures au pfender et au rétractomètre est variable : l'écart moyen entre les deux types de mesure est de :

- $7,7 \pm 7,8\%$ pour le prisme 553,
- $19,7 \pm 7,2\%$ pour le 554,
- $3,6 \pm 8,5\%$ pour le 555.

Il ne s'agit donc pas d'un écart systématique.

Pour les trois éprouvettes, l'amplitude maximale obtenue par rétractomètre est toujours inférieure à celle obtenue par pfender, sauf pour le prisme 555 sur lequel la mesure au rétractomètre est longtemps légèrement supérieure à la mesure au pfender.

Rappelons qu'une mesure au pfender est effectuée en surface, sur chacun des quatre côtés des prismes, sur une zone de 10 cm dans leur partie centrale, alors qu'une mesure au rétractomètre intègre les variations de la totalité de leur longueur.

Les prismes sont conservés dans des conteneurs dont le fond est rempli d'eau qui, en s'évaporant, maintient l'humidité saturée. Les couvercles ont été spécialement étudiés pour éviter le ruissellement sur les éprouvettes [Ranc et al. 1990].

Nous avons pourtant constaté que ces dernières sont couvertes de coulures. De façon variable suivant les conteneurs, la partie haute de certaines éprouvettes est recouverte d'un film d'eau liquide. Comme elles sont retournées lors de chaque mesure, leurs deux extrémités sont tour à tour concernées.

De plus, lors du déplacement des conteneurs pour la mesure, l'eau qu'ils contiennent arrose le bas des éprouvettes. On pourrait donc penser que cette présence importante d'eau liquide aux extrémités a pour conséquence de diluer la solution interstitielle de ces zones. Ceci pourrait expliquer les écarts observés entre les deux types de mesure.

Pour vérifier ces hypothèses, nous avons coulé une deuxième série de 9 prismes, équipés de trois bases de mesure sur chacune de leurs faces latérales. Deux des bases sont situées aux extrémités des prismes, la troisième permet la mesure de la partie centrale.

Nous ne trouvons aucune hiérarchie systématique des gonflements de ces trois bases: tantôt les trois génératrices gonflent de la même façon, tantôt l'une se distingue nettement des deux autres (mais ce n'est pas toujours la même), tantôt les trois génératrices gonflent différemment (mais dans un ordre variable).

De plus, sur un même prisme, suivant les faces, ce n'est pas toujours la même génératrice qui gonfle le plus. À titre d'illustration, nous avons comptabilisé le nombre de fois où chaque génératrice a présenté un gonflement supérieur aux autres. Cela se produit 11 fois pour la génératrice 1 (celle du haut), 14 fois pour la génératrice 2 (celle du centre), 13 fois pour la génératrice 3 (celle du bas).

Ce n'est donc pas la différence entre les zones mesurées sur les éprouvettes qui peut expliquer les écarts entre le pfender (mesure en partie centrale) et le rétractomètre (mesure sur toute la hauteur). Pourtant, sur cette nouvelle série d'éprouvettes, **nous obtenons toujours des mesures au pfender supérieures aux mesures au rétractomètre.** Pour une meilleure lisibilité, nous n'avons pas représenté tous les résultats sur un même graphe.

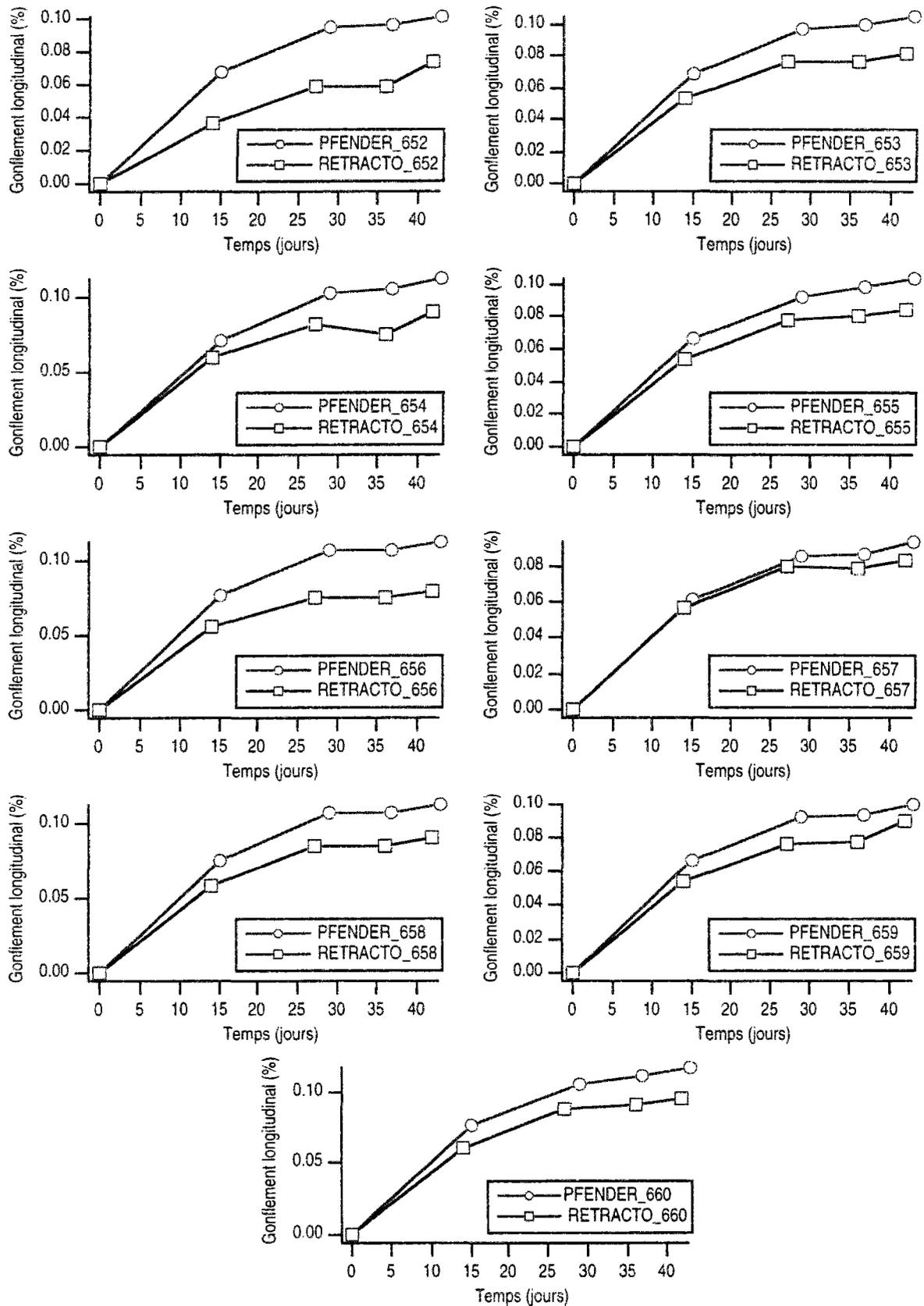


Fig. An. 3. 2 : Comparaison des mesures au pfender et au rétractomètre

Les écarts, pour la dernière échéance mesurée, sont indiqués dans le tableau suivant.

ép. n°	652	653	654	655	656	657	658	659	660
écarts (%)	27,2	22,6	20,3	18,6	29,4	10,9	19,5	9,5	17,9

Tableau An. 3. 4: écarts entre les mesures au pfender et au rétractomètre

L'écart moyen, sur les douze prismes observés, est de 17%.

Le ruissellement que l'on observe sur les éprouvettes provoque un lessivage superficiel des alcalins mais, si cela modifiait les déformations, la peau des éprouvettes gonflerait moins que le coeur, or les mesures de pfender – en peau – sont supérieures aux mesures au rétractomètre – à travers la zone de coeur.

On peut penser, au contraire, que la peau des éprouvettes étant en contact direct avec l'humidité, plus humide que le coeur, elle gonflerait davantage que lui. Ce n'est certainement pas le cas, car, sur des éprouvettes d'aussi petites dimensions, l'eau met peu de temps à pénétrer. Ceci a été mis en évidence par gammadensimétrie sur des cylindres $\Phi 13H24$ (voir Chapitre V).

Les deux appareils ont été étalonnés et les écarts ne peuvent pas être imputés à leur fonctionnement.

Un problème qui pourrait éventuellement expliquer l'écart systématique entre les deux types de mesure est l'ancrage des plots utilisés pour le rétractomètre. En effet, il n'est pas toujours facile de "forcer" le béton à bien enrober le plot et la zone qui l'entoure risque d'être plus poreuse, de contenir moins de granulats, donc de gonfler moins. Ceci reviendrait à diminuer la longueur de base du gonflement. Or il suffit que 2,5 centimètres à chaque extrémité aient un très faible gonflement et la déformation varie de plus de 20%.

Nous avons réalisé des mesures de gammadensimétrie¹ sur quatre prismes 7x7x28, deux pour lesquels les écarts entre pfender et rétractomètre étaient forts (prismes 652 et 656), et deux pour lesquels ces écarts étaient faibles (prismes 657 et 659). Aucune différence de densité entre la zone des plots et la zone courante des éprouvettes n'est mise en évidence.

La principale source d'écart systématique réside en fait dans la taille des plots métalliques aux deux extrémités de l'éprouvette. Chacun mesure 15 mm. La longueur de base pour le calcul des déformations devrait donc être égale à 25,28 cm et non 28,28 cm comme cela est supposé lors des mesures de déformation à l'aide du rétractomètre normalisé. Ceci introduit une erreur systématique de 12%.

Par ailleurs, la mesure au pfender est une mesure de peau et la fissuration due à l'alcali-réaction est aussi une fissuration de peau, très peu profonde. Sur les prismes 7x7x28, on trouve relativement peu de fissures transversales. Toutefois, les quelques fissures ouvertes entre les billes d'extensométrie sont directement comptabilisées dans la mesure au pfender, alors qu'elles n'interviennent pas dans la mesure au rétractomètre. Ceci est également une source d'écart systématique entre les deux types de mesure.

¹ Par C. Gauthier et J. C. Borgotti (UMR 113 - LCPC)

Comparaison Pfender/rétractomètre :

Les écarts entre les mesures au pfender (extensomètre à billes) et les mesures au rétractomètre sur une même éprouvette varient de 4 à 30%. Ils sont en moyenne de 17%.

De façon systématique, les mesures au rétractomètre sont inférieures aux mesures au Pfender.

Le caractère systématique du signe de ces écarts est dû à :

- la prise en compte d'une base de 28,28 cm pour le calcul des déformations alors que la longueur réelle est de 25,28 cm,
- la présence de quelques fissures transversales superficielles.

L'écart résiduel, après prise en compte de ces deux sources d'écart systématique, est dû à l'hétérogénéité intrinsèque de l'alcali-réaction.

ANNEXE 4 : FISSURATION

1.	Prismes 14x14x28 en enceinte humide	297
1.	Prisme 14x14x28 "vertical"	297
2.	Prisme 14x14x28 "horizontal"	298
2.	Cylindres $\Phi 13H24$ en gonflement libre en enceinte humide.....	299
3.	Cylindres $\Phi 13H24$ en sous contrainte en enceinte humide	304

ép. n° : 630

réf. : C38H12TTvertical

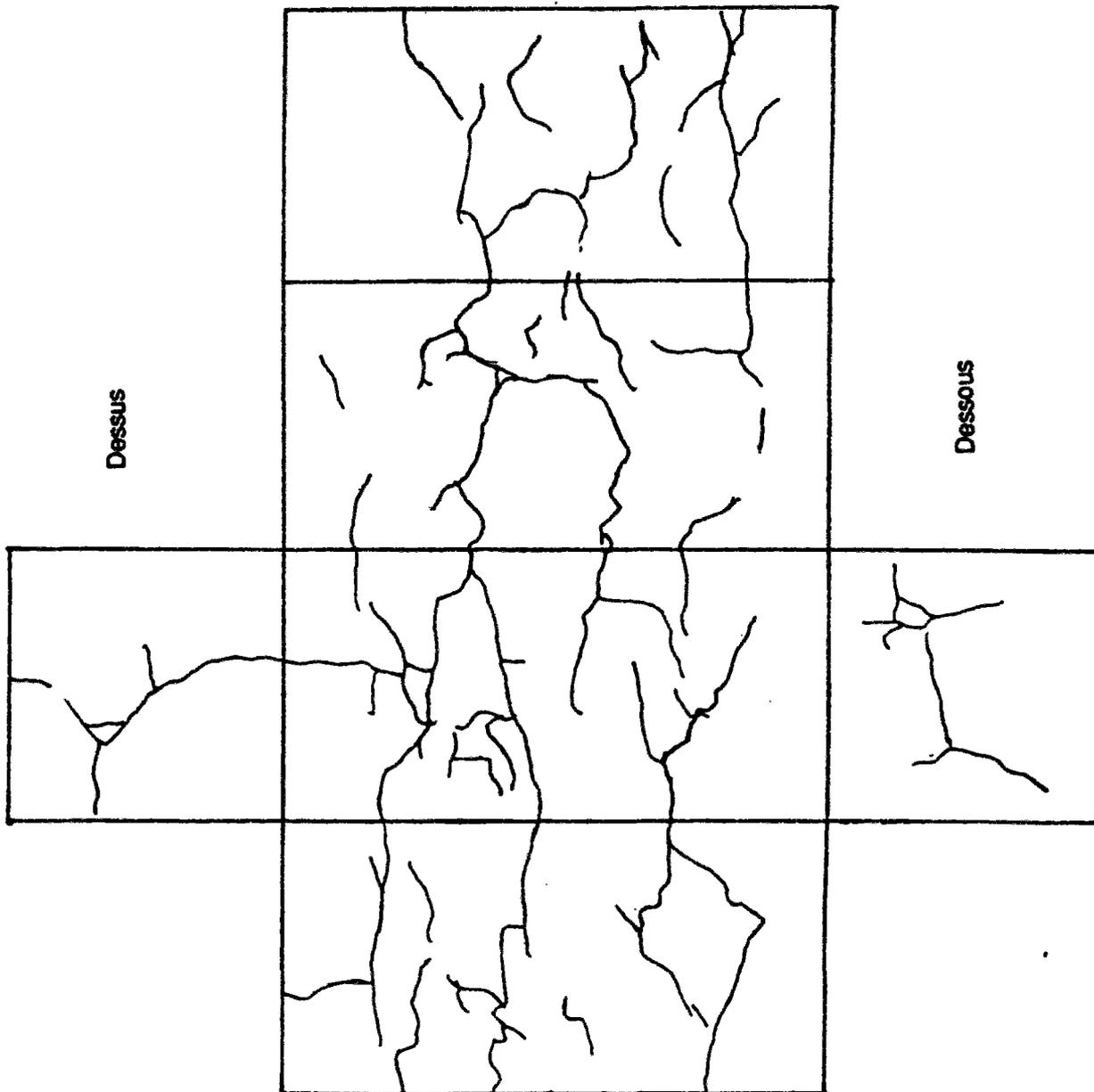
Date de coulage : 5/3/96

Date de sortie : 20/3/97 (12mois)

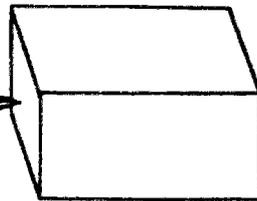
Destination :

Observations : ff 0.1mm

Béton TT, prisme 14x14x28, coulé verticalement, conservé verticalement en gonflement libre en enceinte humide à 38°C



COULAGE



ép. n° : 629

réf. : P38H12Thorizontal

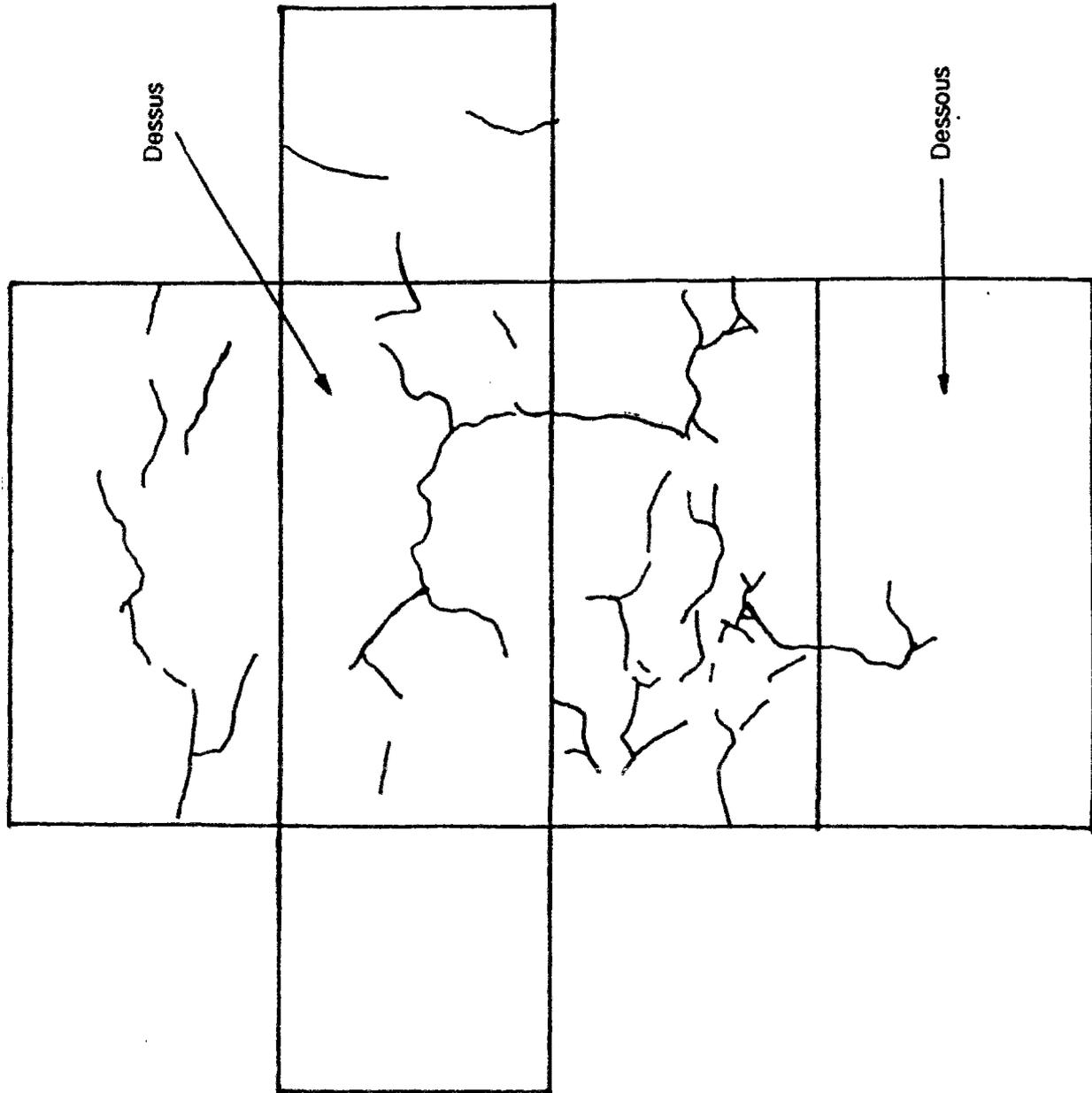
Date de coulage : 5/3/96

Date de sortie : 20/3/97 (12mois)

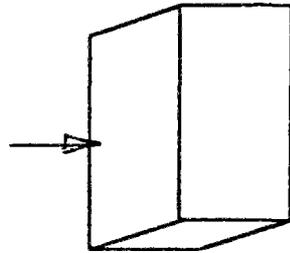
Destination :

Observations : ff 0.1mm

Béton TT, prisme 14x14x28, coulé horizontalement, conservé horizontalement en gonflement libre en enceinte humide à 38°C



COULAGE



ép. n° : 280

réf. : M38H02TT

Date de coulage : 18/1/94

Date de sortie : 29/3/94 (2mois)

Destination : Compression

Observations : Pas de fissuration

Béton TT, cylindre $\Phi 13 \times 24$, conservé en gonflement libre en enceinte humide à 38°C

Pas de fissuration apparente

ép. n° : 281

réf. : M38H04TT

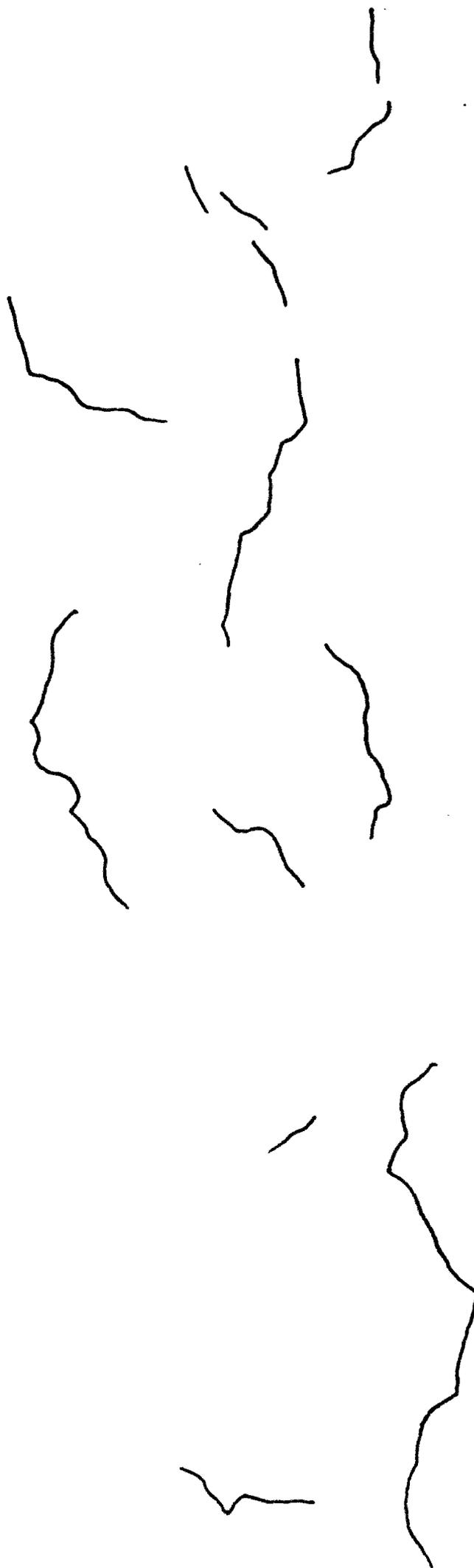
Date de coulage : 25/1/94

Date de sortie : 1/6/94 (4mois)

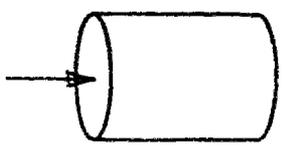
Destination : Compression

Observations : ff 0.1mm

Béton TT, cylindre $\Phi 13x24$, conservé en gonflement libre
en enceinte humide à 38°C



COULAGE



ép. n° : 39

réf. : M38H06TT

Date de coulage : 14/12/93

Date de sortie : 14/6/94 (6mois)

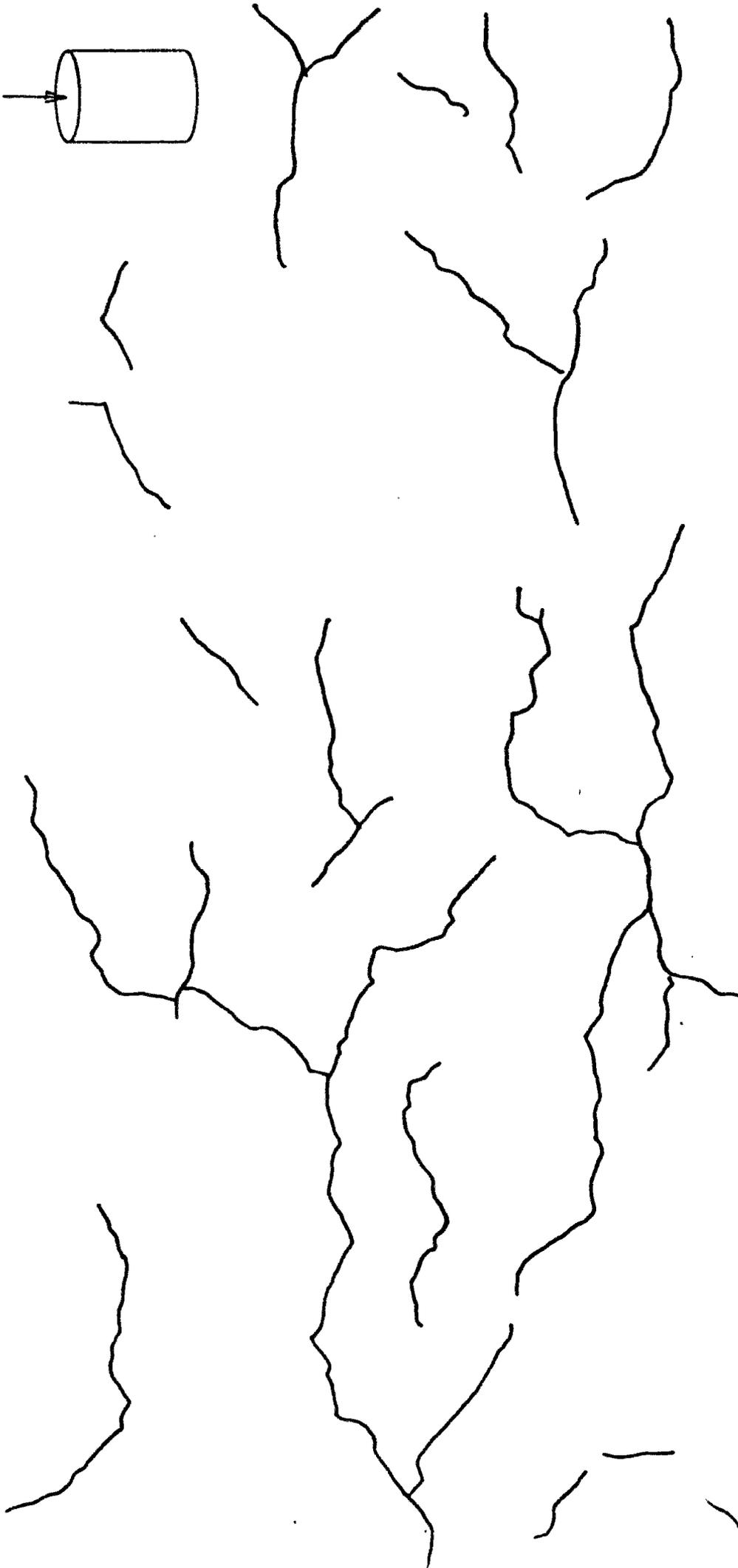
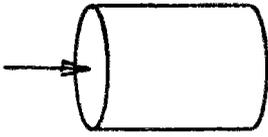
Destination : Compression

Observations : ff 0.1mm

Béton TT, cylindre $\Phi 13 \times 24$, conservé en gonflement libre

en enceinte humide à 38°C

COULAGE



ép. n° : 82

réf. : T38H09TT

Date de coulage : 25/1/94

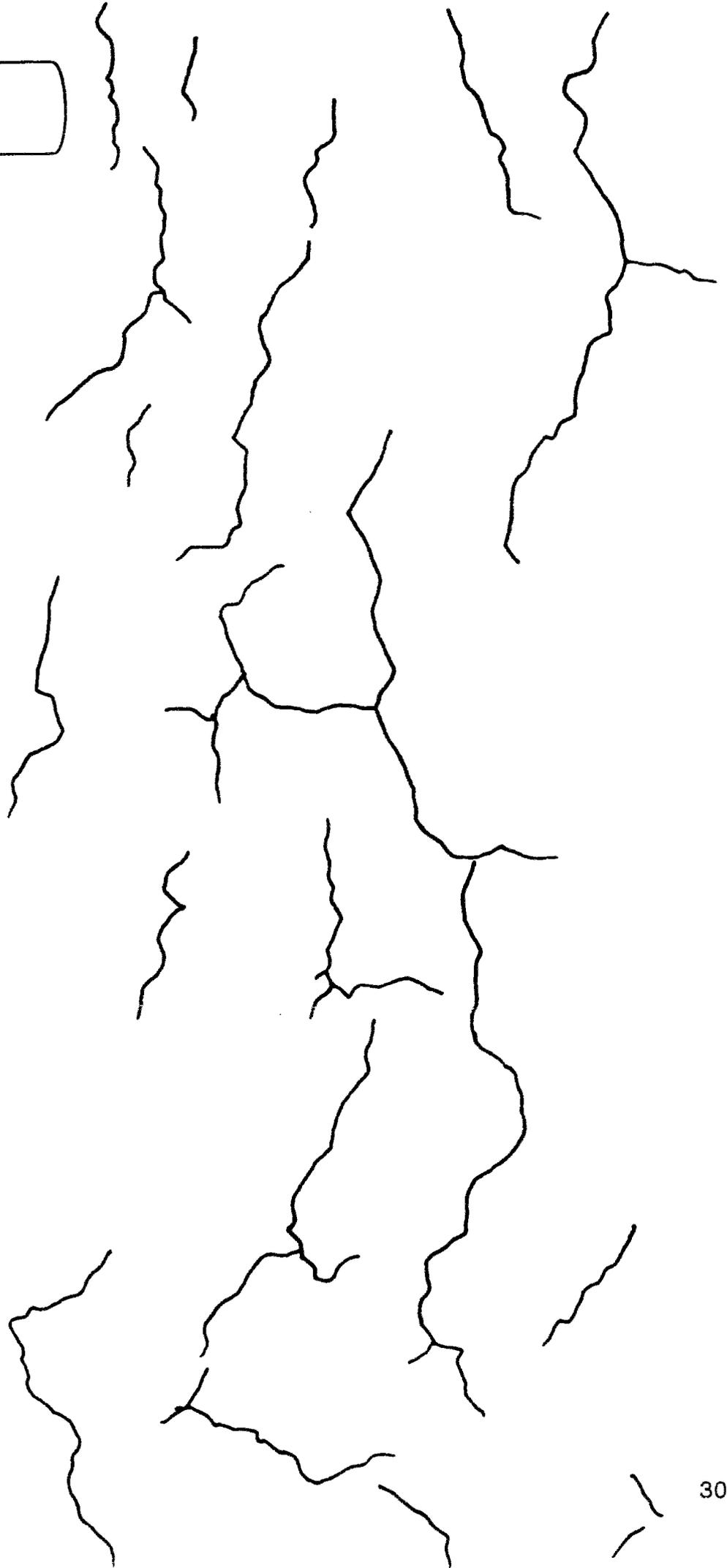
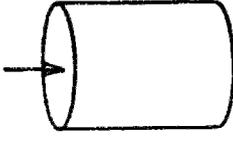
Date de sortie : 18/10/94 (9mois)

Destination : Fendage

Observations : ff 0.1mm

Béton TT, cylindre $\Phi 13 \times 24$, conservé en gonflement libre
en enceinte humide à 38°C

COULAGE



ép. n° : 19

réf. : G38H11TT

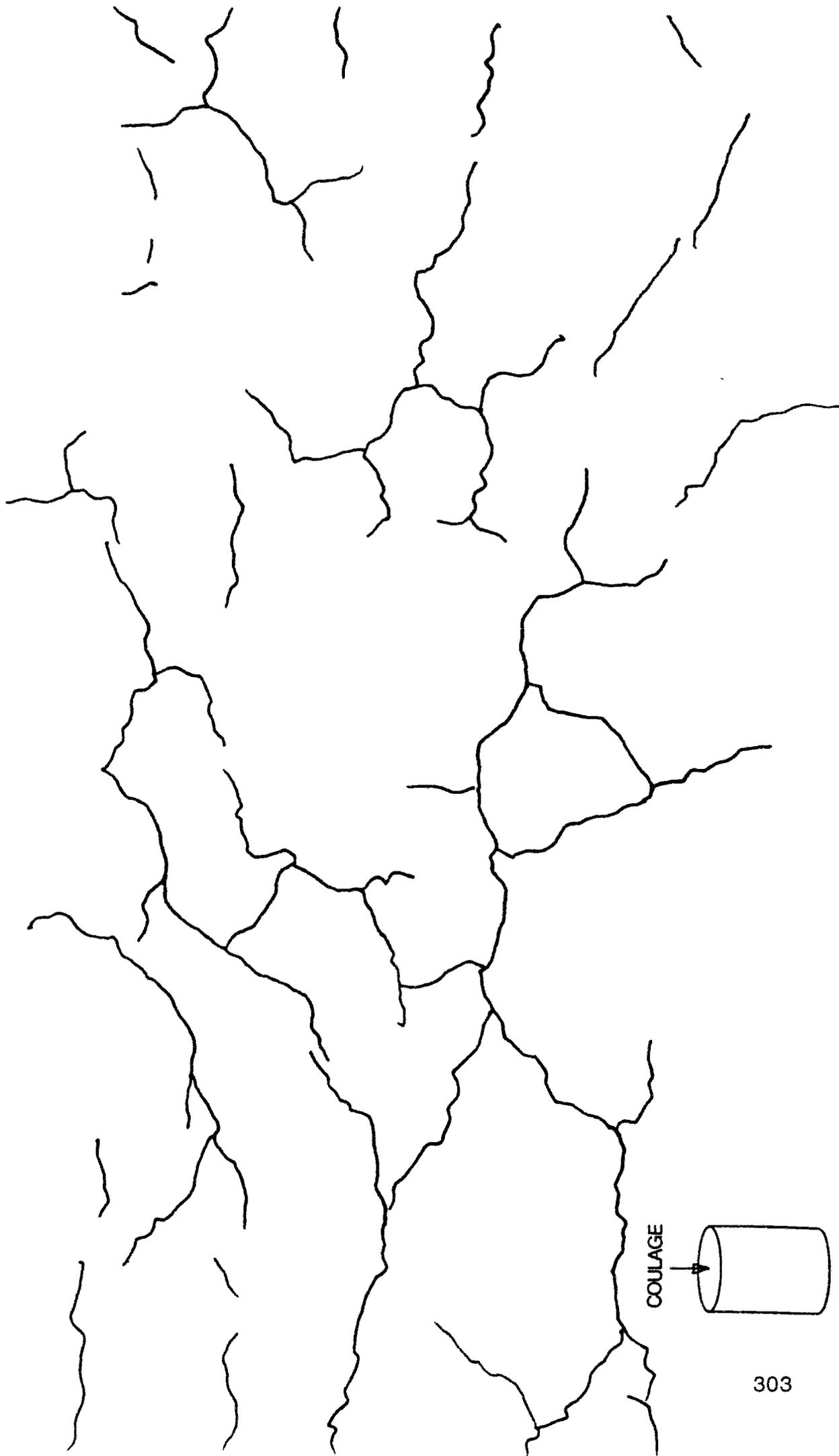
Date de coulage : 16/11/93

Date de sortie : 4/10/94 (11 mois)

Destination : Analyses-Uranyle-MEB

Observations : ff 0.1mm

Béton TT, cylindre $\Phi 13 \times 24$, conservé en gonflement libre en enceinte humide à 38°C



ép. n° : 158

réf. : BC05H09TTBIS

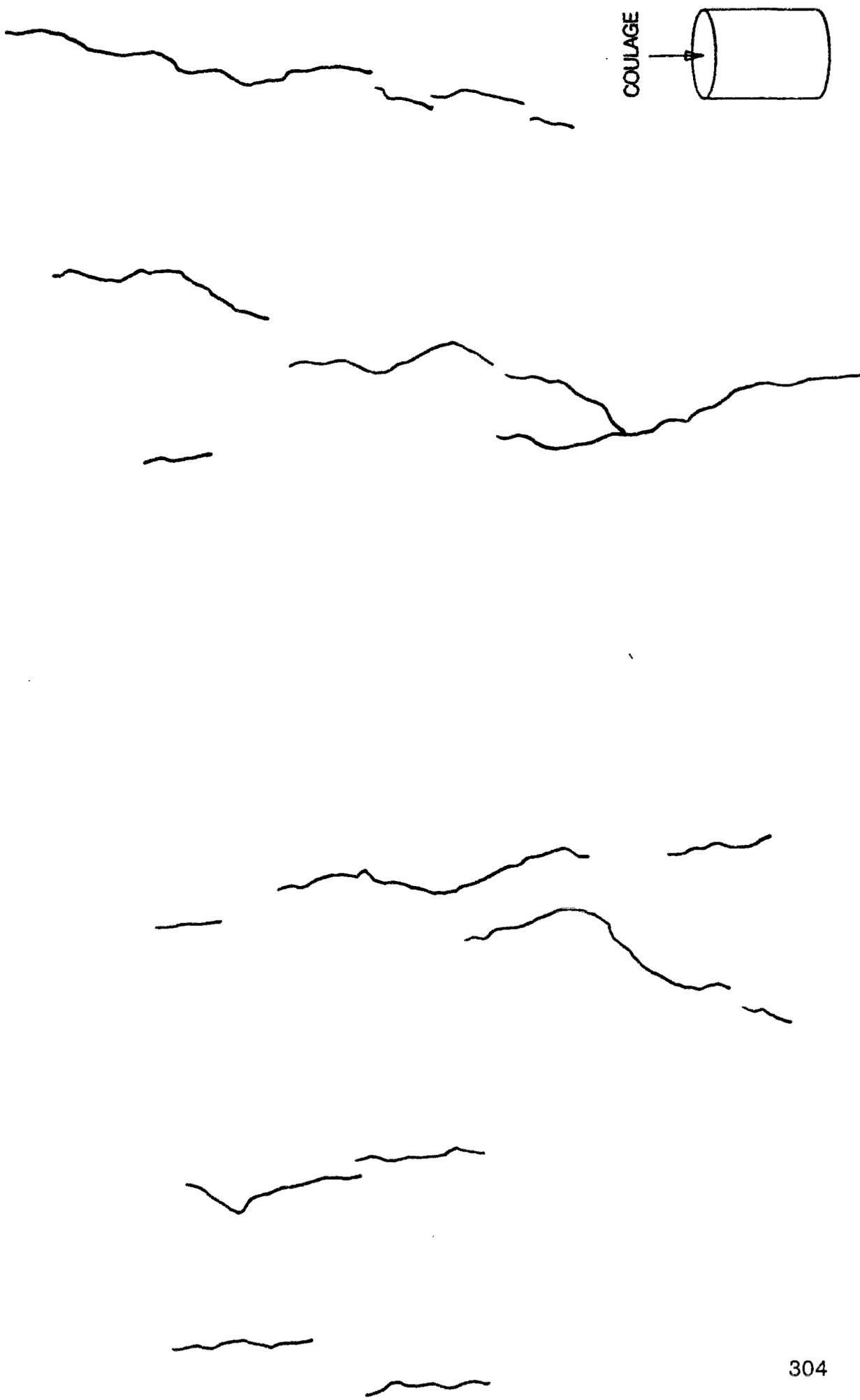
Date de coulage : 29/3/94

Date de sortie : 23/12/94 (9mois)

Destination :

Observations : ff 0.1mm

Béton TT, cylindre $\Phi 13x24$, conservé en bati de fluage 5MPa en enceinte humide à 38°C



COULAGE

ép. n° : 333

réf. : BC05H13TT

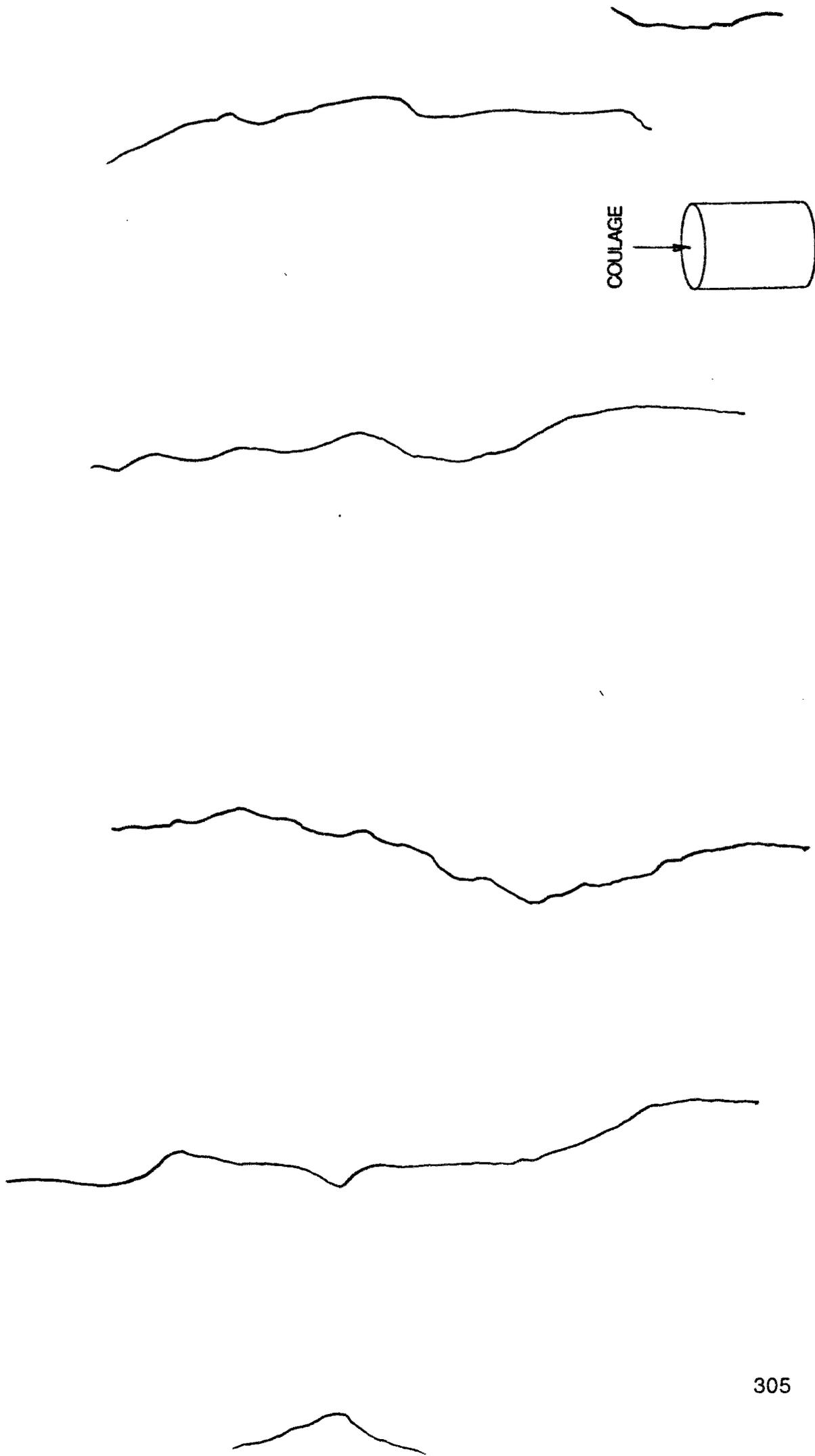
Date de coulage : 20/6/95

Date de sortie : 26/7/96 (13mois)

Destination :

Observations : ff 0.1 à 0.2 mm

Béton TT, cylindre Φ 13x24, conservé en bati de fluage 5MPa en enceinte humide à 38°C



ép. n° : 166

réf. : BC05H28TTBIS

Date de coulage : 29/3/94

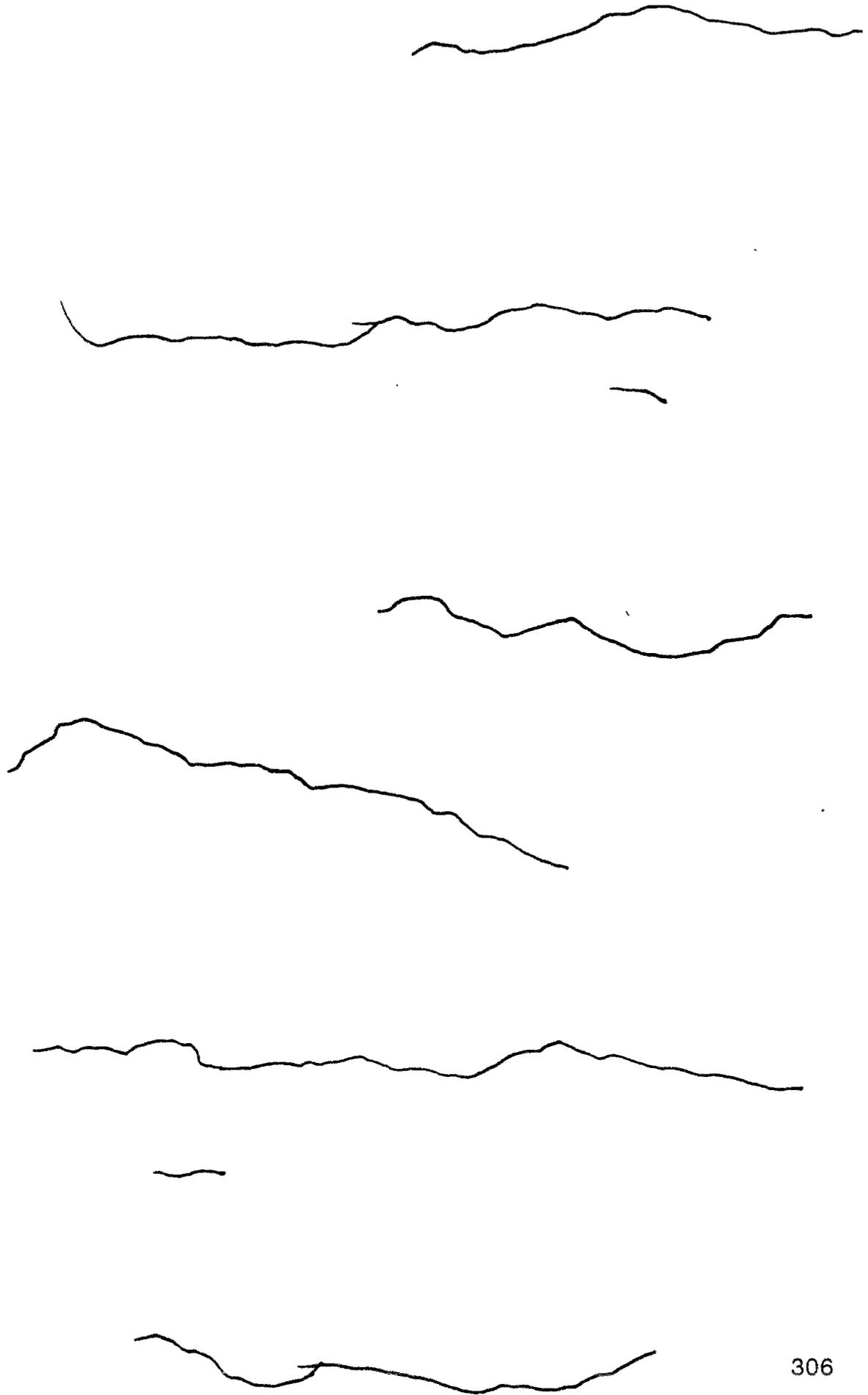
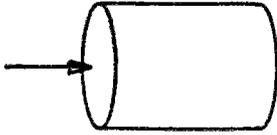
Date de sortie : 26/7/96 (28mois)

Destination :

Observations : ff 0.2 mm

Béton TT, cylindre $\Phi 13 \times 24$, conservé en bati de fluage 5MPa
en enceinte humide à 38°C

COULAGE



ép. n° : 175

réf. : BM10H09TT

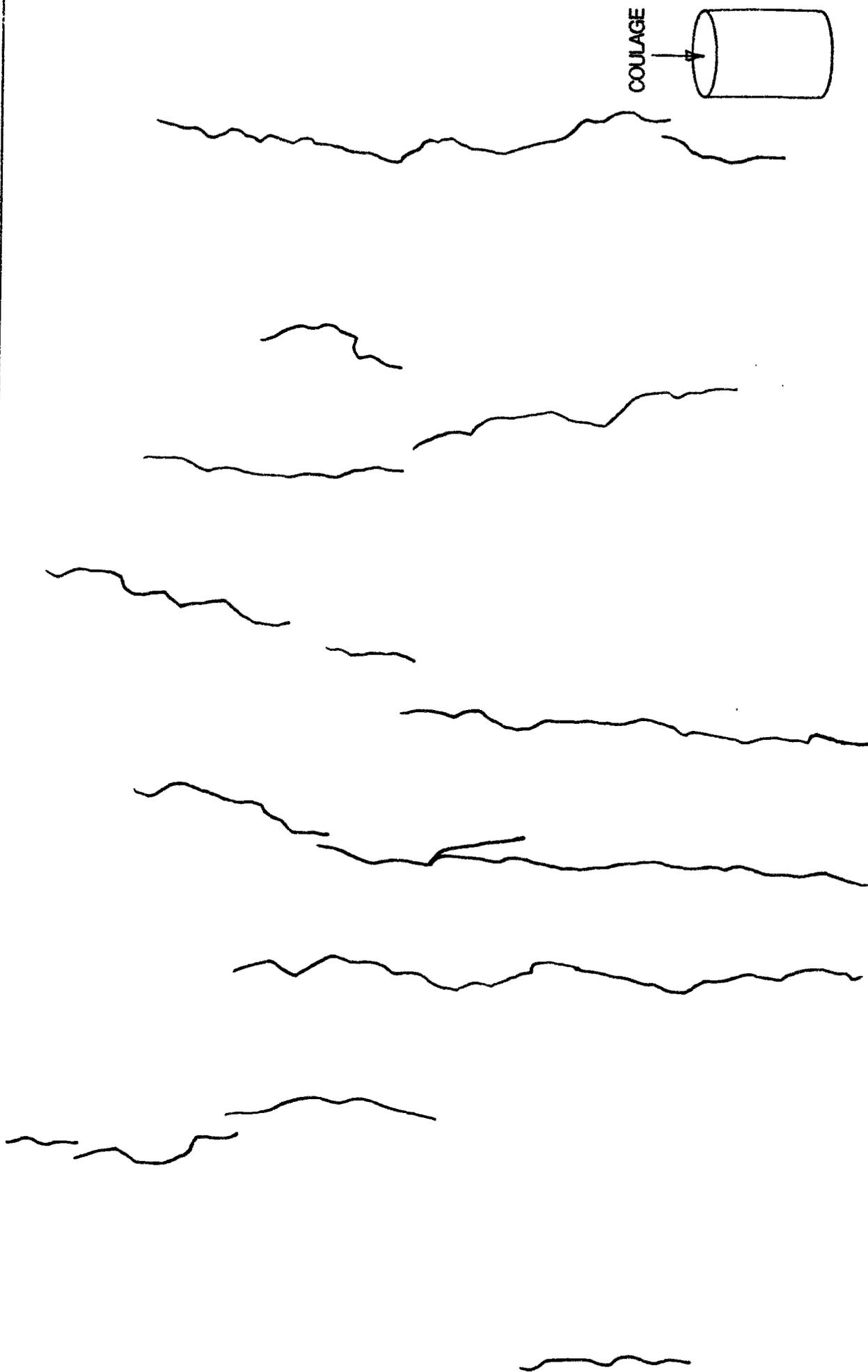
Date de coulage : 11/1/94

Date de sortie : 6/10/94 (9mois)

Destination : Analyses

Observations : ff 0.1 à 0.2 mm

Béton TT, cylindre $\Phi 13 \times 24$, conservé en bati de fluage 10MPa en enceinte humide à 38°C



ép. n° : 176

réf. : BM10H12TT

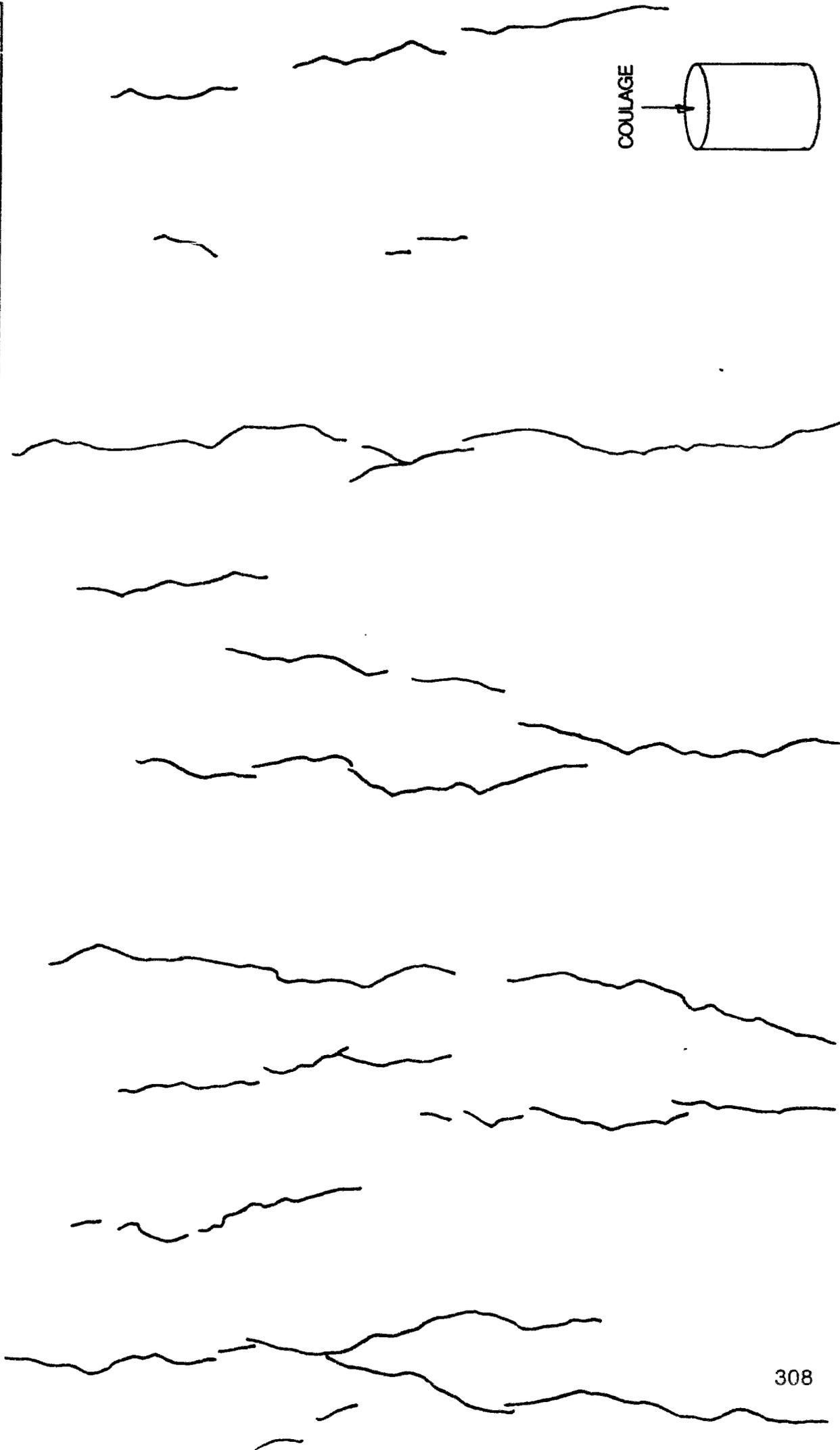
Date de coulage : 11/1/94

Date de sortie : 29/12/94 (12mois)

Destination : Compression-Analyses

Observations : ff 0.1 à 0.2 mm

Béton TT, cylindre $\Phi 13 \times 24$, conservé en bain de fluage 10MPa en enceinte humide à 38°C



ANNEXE 5 : RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES

I	INFLUENCE D'UN SOUS-DOSAGE EN CIMENT.....	310
II	SPÉCIFICITÉ DE LA TECHNIQUE DE MISE EN ÉVIDENCE DES PRODUITS DE RÉACTION PAR FLUORESCENCE DES IONS URANYLE.....	315
III	PREMIERS RÉSULTATS DES ANALYSES MINÉRALOGIQUES.....	319

I. INFLUENCE D'UN SOUS-DOSAGE EN CIMENT

Un certain nombre de paramètres peuvent distinguer deux éprouvettes théoriquement identiques (même référence d'essai) :

- la date,
- la température
- l'hygrométrie de coulage,
- la gâchée,
- le sac de ciment,
- l'enceinte de conservation,
- etc.

Pour garder identiques le plus grand nombre possible de ces paramètres, nous avons coulé le même jour (mêmes température et hygrométrie), avec un même sac de ciment et une même fourniture de granulats, des éprouvettes de composition TT et TT BIS (voir Chapitre III paragraphe III). Ces éprouvettes ont été conservées dans une même enceinte humide et mesurées simultanément. Le graphe ci-dessous montre les résultats obtenus¹.

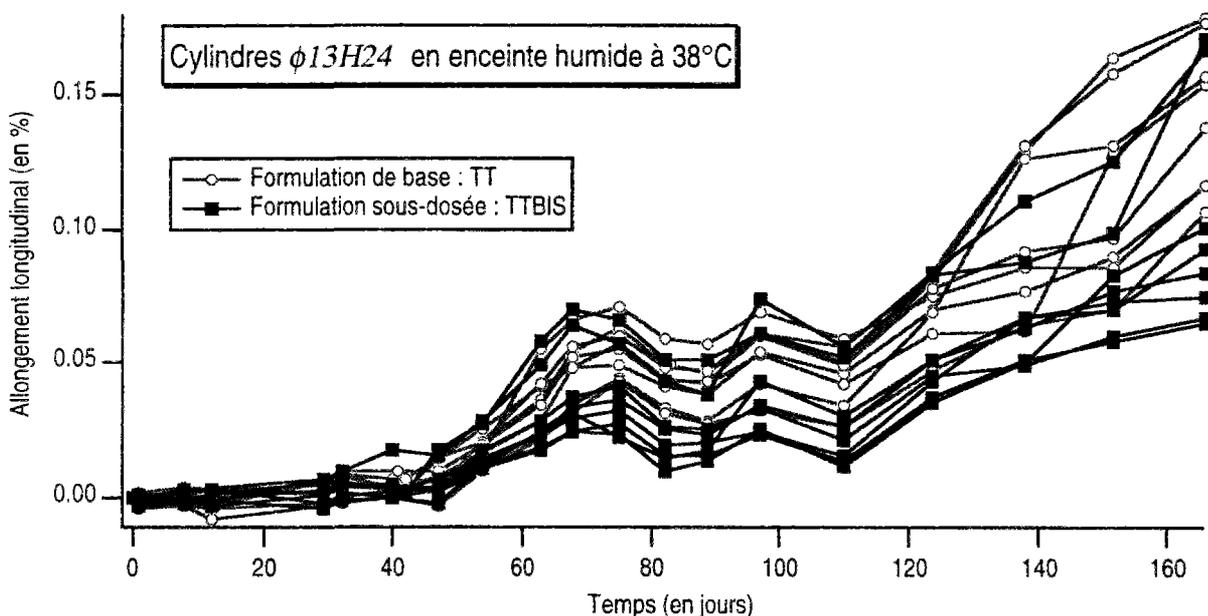


Fig. An 5.1: Influence d'un sous-dosage en ciment sur la formulation TT

On constate que le sous-dosage en ciment, même faible, a tendance à diminuer le gonflement des éprouvettes ; pourtant deux des éprouvettes sous-dosées ont gonflé

¹ Les valeurs "chahutées" des gonflements sont dues à des courbes de poids chahutées. Nous reviendrons ultérieurement sur ces parallèles.

autant que les autres. À la vue de ce seul graphe, l'effet du sous-dosage n'apparaît pas clairement. Nous allons présenter d'autres résultats avant de conclure.

Prenons l'exemple d'éprouvettes de composition BS et BSBIS, conservées en enceintes humides à 38°C. Le graphe ci-dessous montre l'évolution en fonction du temps des gonflements et des variations de poids.

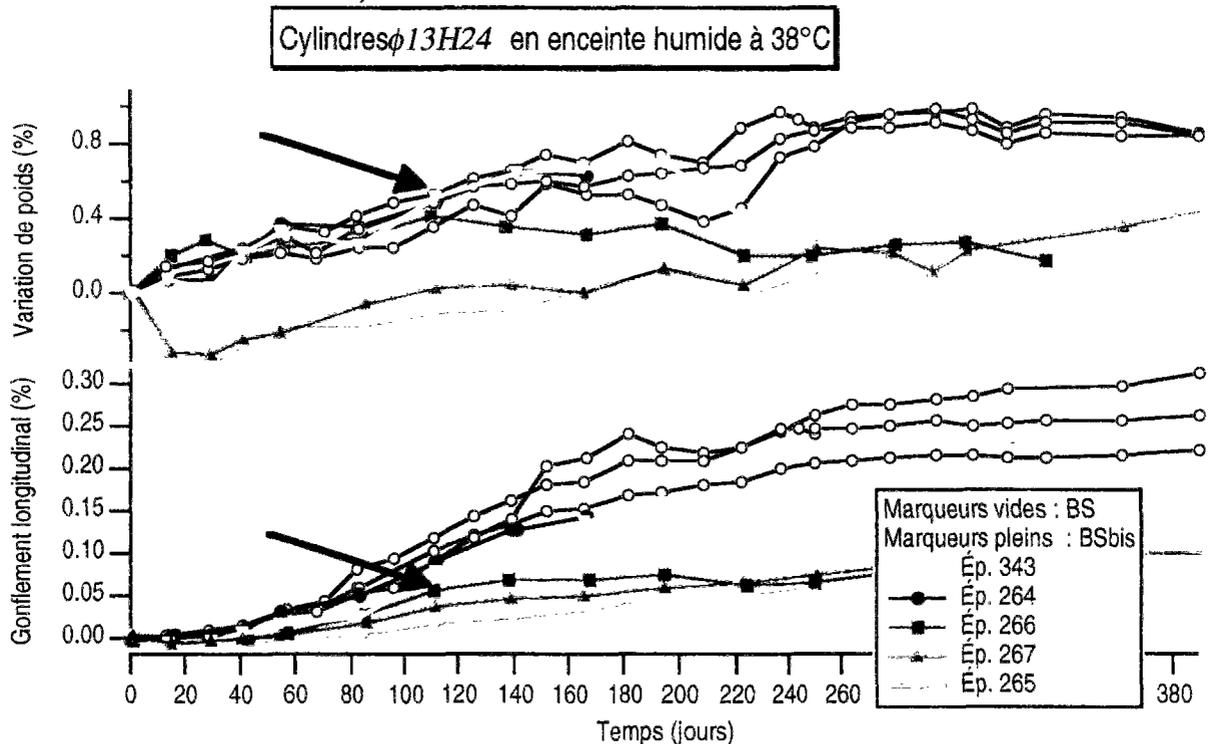


Fig. An 5.2 : Influence d'un sous-dosage en ciment sur la formulation BS

On remarque que les éprouvettes 265, 266 et 267, sous-dosées en ciment (marqueurs pleins), gonflent sensiblement moins que celles de la formulation de base (marqueurs vides).

En fait, les anomalies sont dues à des problèmes de prise de poids. L'éprouvette 266 (carrés noirs) s'écarte du fuseau de gonflement le jour où son poids se met à décroître (voir flèches).

Parmi les éprouvettes BSBIS, celles qui gonflent pratiquement comme les éprouvettes BS (ép. 343 et 264) ont les mêmes variations de poids qu'elles.

Les éprouvettes BSBIS qui gonflent beaucoup moins que les BS ont subi une perte de poids d'environ 0,3% pendant les 30 premiers jours et n'ont jamais rattrapé la prise de poids des autres éprouvettes² (ép. 265 et 267).

Le graphe suivant illustre le même phénomène sur des éprouvettes de composition BT et BT BIS, conservées à 38°C dans les mêmes enceintes.

² Voir note de bas de page, p. 72 (xx)

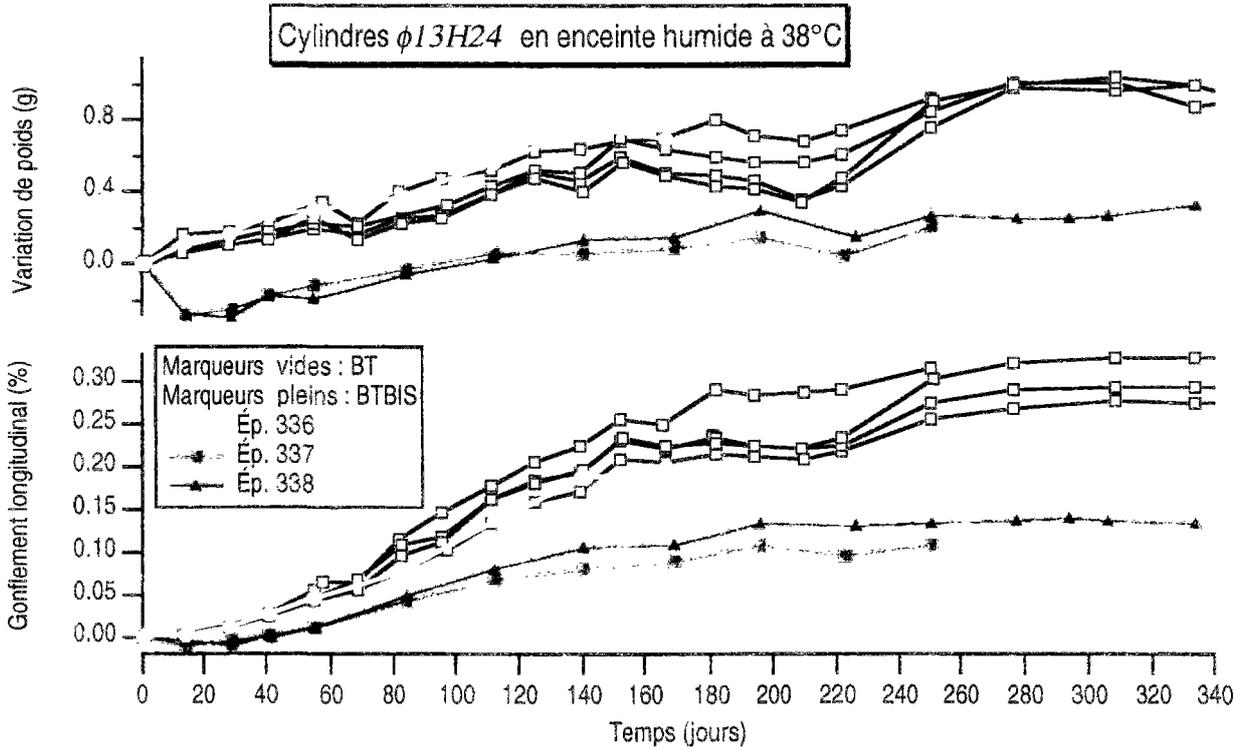
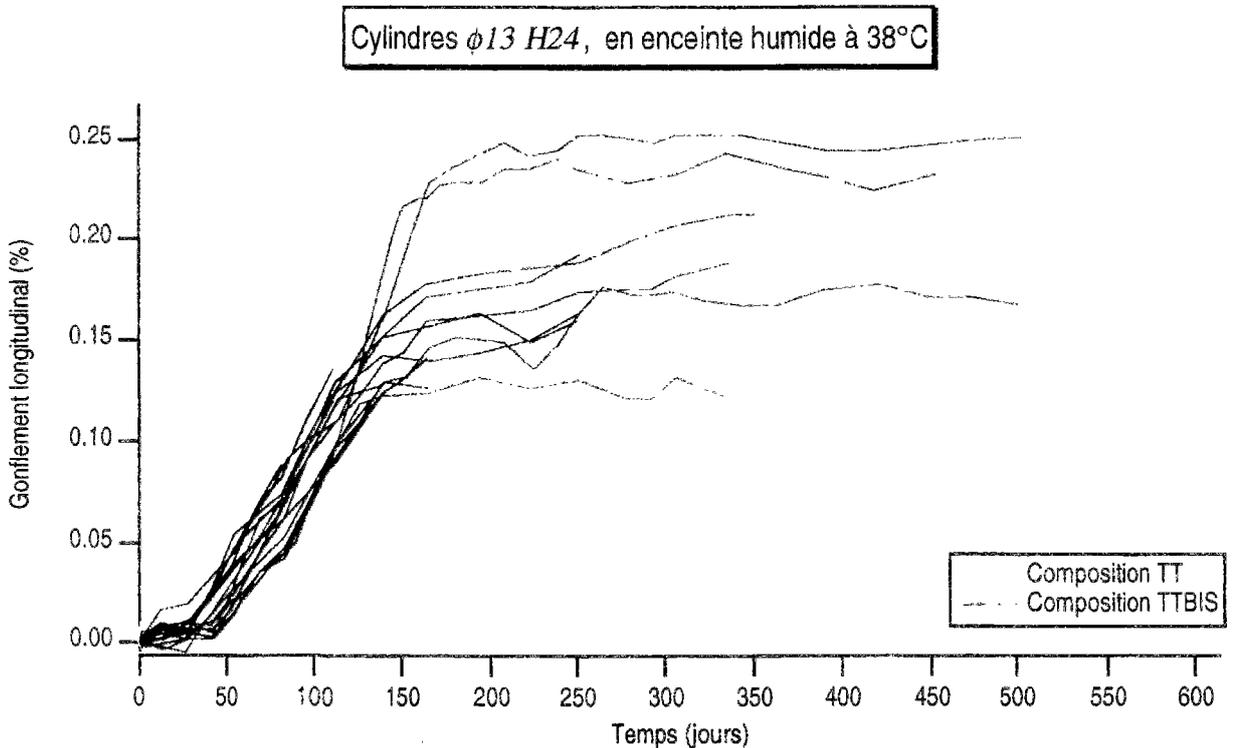


Fig. An 5.3 : Influence d'un sous-dosage en ciment sur la formulation BT

On constate que le sous-dosage des formulations "BIS" semble effectivement provoquer une légère diminution du gonflement (épreuve 336, marqueurs ronds) mais ne peut pas justifier des écarts importants (épreuves 337 et 338). Ces écarts sont dus à des pertes de poids d'environ 0,3%, jamais compensées par la suite.

Travaillons maintenant sur un lot d'éprouvettes beaucoup plus important.



An 5.4 : Influence d'un sous-dosage en ciment sur la formulation TT

Fig

Le graphe An. 5. 4 montre qu'une forte dispersion existe au sein de chacun des deux lots de composition TT et TTBIS. Les gonflements asymptotiques moyens des deux fuseaux de courbes sont identiques. On observe un léger décalage dans le temps du fuseau TTBIS (de l'ordre d'une vingtaine de jours). Le graphe suivant permet de mieux voir le démarrage des courbes.

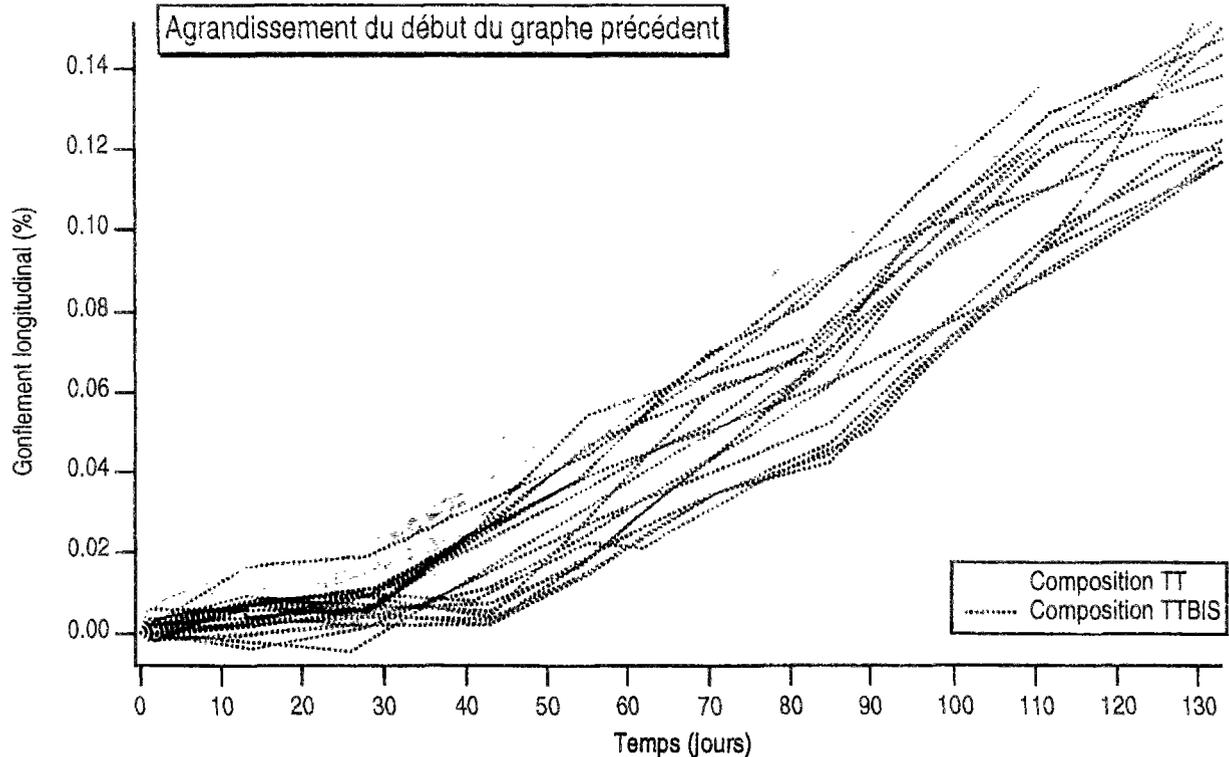


Fig. An 5. 5 : Influence d'un sous-dosage en ciment sur la formulation TT (zoom)

Nous avons comparé deux dosages en ciment voisins. D'autres auteurs se sont intéressés à cette question pour des écarts plus importants. Ils obtiennent, de façon plus marquée, les mêmes résultats. Par exemple, Ranc, Cariou et Sorrentino ont publié les résultats que nous représentons sur le graphe suivant [Ranc et al. 1990].

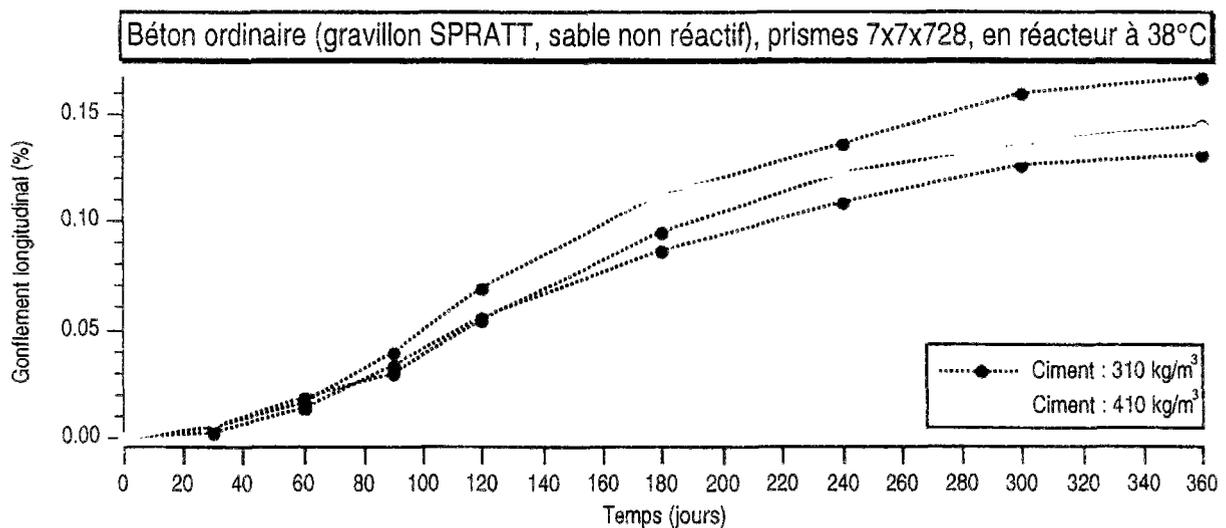


Fig. An 5. 6 : Gonflements longitudinaux pour deux dosages en ciment [Ranc et al. 1990]

Le gonflement maximal n'est pas modifié, ce qui est logique car les éprouvettes ont toutes été dopées en alcalins à 1,25% $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$. Le gonflement démarre plus tôt et plus rapidement quand le dosage est plus élevé.

Influence d'un sous-dosage en ciment :

Un sous-dosage d'environ 5% en ciment n'a pas d'influence sur le gonflement asymptotique des éprouvettes.

Il a tendance à allonger (d'une vingtaine de jours) la période de latence (période pendant laquelle les éprouvettes gonflent pas ou peu, avant accélération du gonflement).

Ceci est confirmé par la comparaison d'un béton dosé à 310 kg/m^3 et d'un béton confectionné avec les mêmes matériaux, mais dosé à 410 kg/m^3 .

**II. SPÉCIFICITÉ DE LA TECHNIQUE
DE MISE EN ÉVIDENCE
DES PRODUITS DE RÉACTION
PAR FLUORESCENCE DES IONS URANYLE**

Pour pouvoir affirmer que la fluorescence observée est bien due à l'alcali-réaction, nous avons travaillé sur les bétons de composition TT : des zones fluorescentes bien identifiées ont été prélevées, puis observées par microscopie électronique à balayage.

Il apparaît que, suivant notre nomenclature, les trois principales familles de produits d'alcali-réaction sont efficacement détectées :

1) les gels d'alcali-réaction :



Photo An. 5. 1 : Gel d'alcali-réaction dans une zone fluorescente (G: x 625)

2) les précipités d'alcali-réaction , ou produits microgrenus :

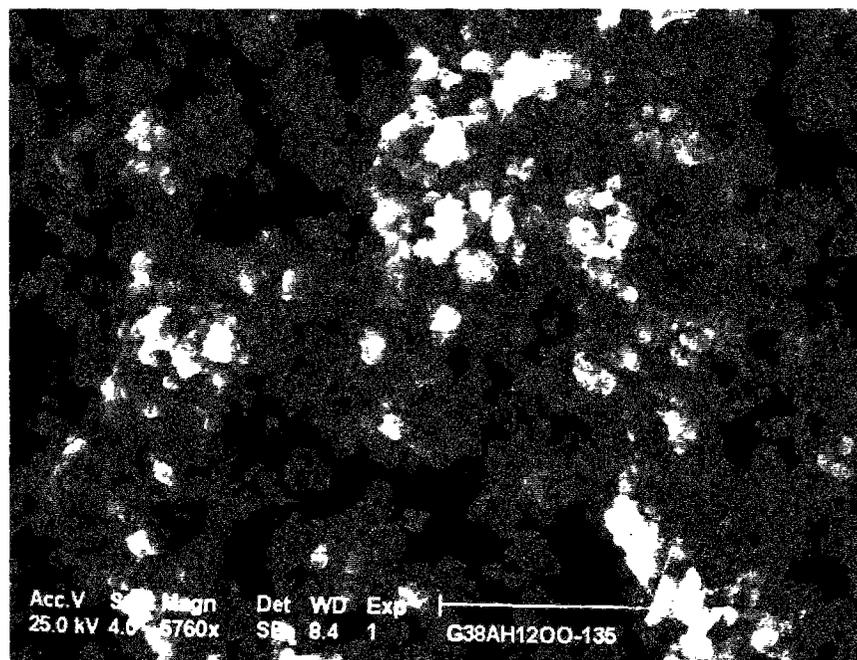


Photo An. 5. 2 : précipités d'alcali-réaction (produits microgrenus) dans une zone fluorescente (G : x 5 760)

3) les formes “organisées” ou “cristallisées” de produits d'alcali-réaction :

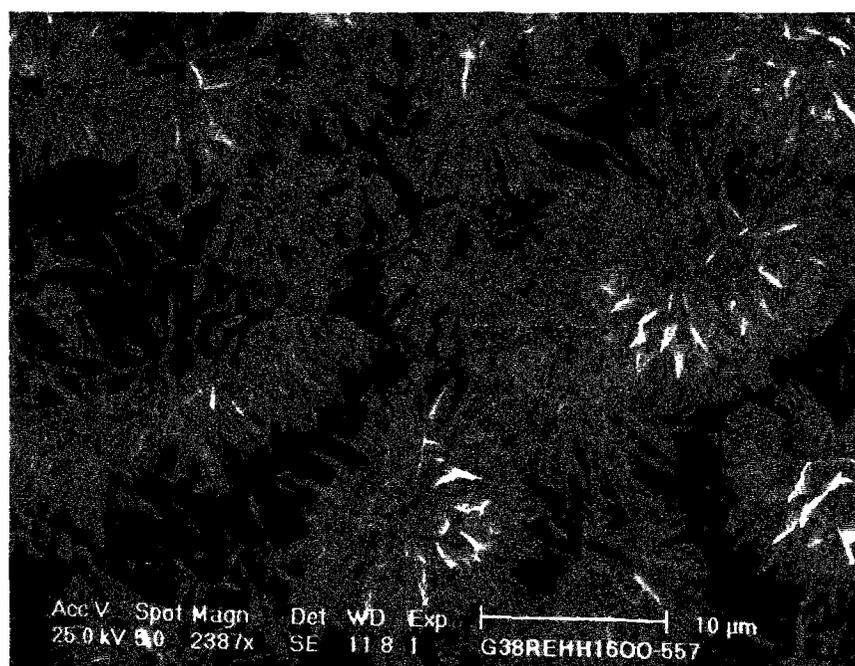


Photo An. 5. 3 : Produits d'alcali-réaction en feuillets, dans une zone repérée comme fluorescente (G : x 2 387)

Par contre, d'après nos observations, l'ettringite ne produit pas de fluorescence jaune-verte. Sur deux échantillons, nous avons obtenu une fluorescence orangée – qui n'est pas comptabilisée par le seuillage – dans des zones contenant de l'ettringite sous forme “comprimée” ou en “paquets”.

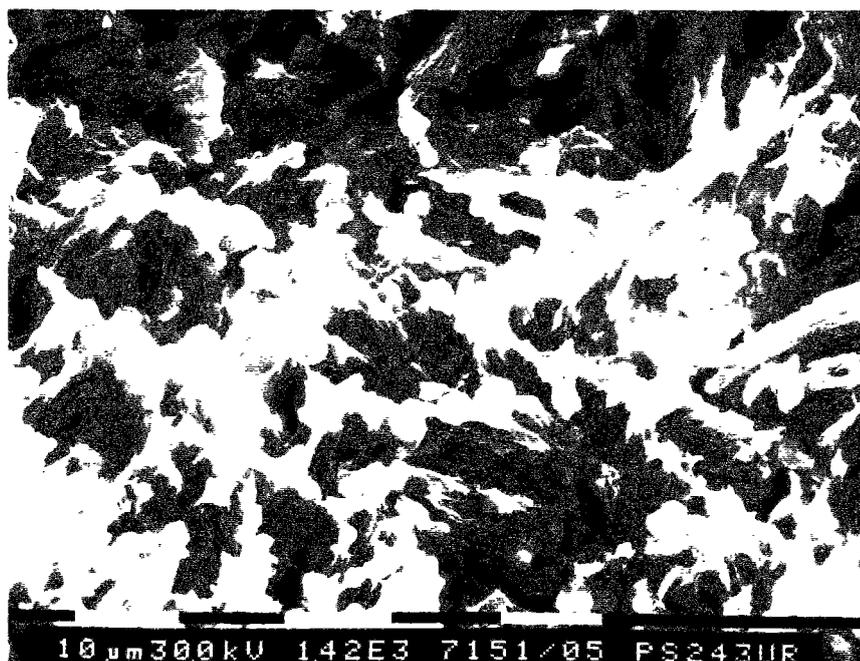


Photo An. 5. 4 : Ettringite comprimée dans une zone de fluorescence orangée (G : x 1 420)

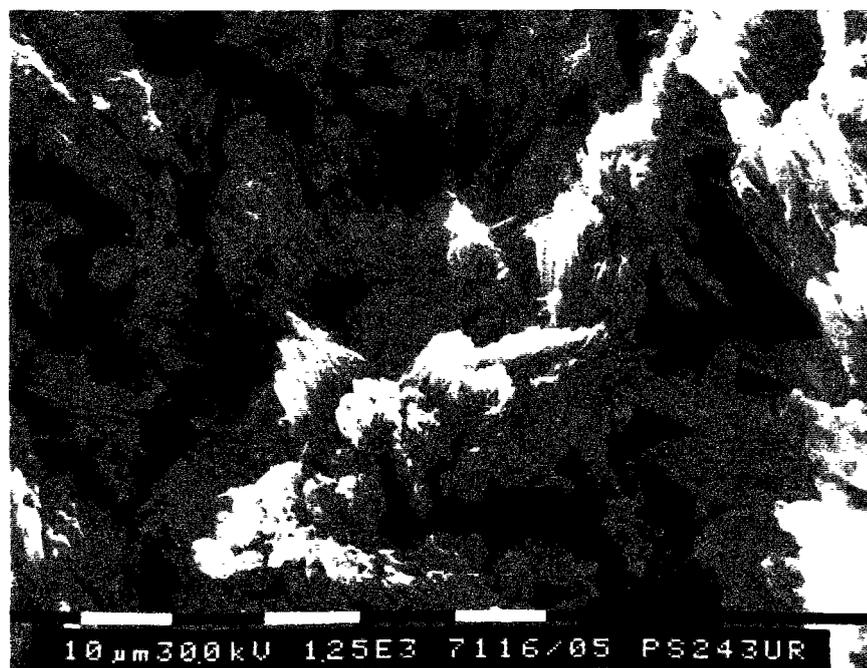


Photo An. 5. 5 : Ettringite en paquets dans une zone de fluorescence orangée (G : x 1 250)

Par ailleurs, dans des zones préalablement repérées comme très fluorescentes, nous identifions fréquemment de la calcite. Les gels de silicates alcalins favorisant la cristallisation (voir Chapitre I, paragraphe A), il est probable que cette calcite de néoformation se développe préférentiellement sur des gels d'alcali-réaction dont la fluorescence apparaît à travers la fine couche de calcite.



Photo An. 5. 6 : calcite de néoformation, dans une zone repérée comme fluorescente (G : x 5 200)

Ainsi, les produits fluorescents de couleur jaune-verte semblent bien être systématiquement des produits d'alcali-réaction. Une fluorescence orangée n'est pas due à de l'alcali-réaction ; elle n'est pas non plus toujours due à de l'ettringite comprimée ou en paquets. En effet, des composés organiques contenus dans certains granulats produisent une fluorescence de teinte analogue, ainsi que la calcédoine.

Par ailleurs, dans certains cas, des produits d'alcali-réaction ne produisent pas de fluorescence jaune-verte : nous avons observé cela à plusieurs reprises dans des bulles dont la fluorescence était bleutée. Par contre, une fluorescence bleutée ne peut pas être systématiquement interprété comme révélatrice de produits d'alcali-réaction.

III. PREMIERS RÉSULTATS DES ANALYSES MINÉRALOGIQUES

Le rapport [Louarn & Deloye. 1996] donnent plus de détails sur les conditions d'obtentions de ces résultats.

N° ep	Référence	Ciment	Porosité	Densité	Ciment	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	Ettr.
		%	%		kg/m ³	%	%	%	%	%
23	Témoin TT	16.80	11.76	2.319	425	0.10	0.03	0.13	0.19	1.09
24	Témoin TT	12.62	11.80	2.313	306	0.11	-0.05	0.12	0.12	0.98
427	G38H01TT	19.24	9.70	2.333	470	0.05	0.01	0.08	0.15	0.82
428	G38H01TT	21.68	9.45	2.330	530	0.01	0.00	0.06	0.13	0.68
1	G38H02TT	16.73	9.24	2.327	409	0.74	0.30	0.18	0.18	1.58
14	G38H02TT	20.77	8.89	2.320	506	0.48	0.37	0.18	0.17	1.31
2	G38H04TT	14.65	11.14	2.302	364	0.25	0.05	0.10	0.12	0.83
375	G38H04TT	13.19	10.98	2.295	318	0.64	0.11	0.17	0.13	1.25
284	G38H09TT	18.71	7.05	2.366	465	0.54	0.33	0.16	0.14	1.22
285	G38H09TT	17.80	7.86	2.344	397	0.53	0.28	0.16	0.14	1.18
287	G38H012TT	18.54	8.71	2.337	455	0.53	-0.03	0.09	0.12	1.10
19	G38H012TT	17.35	10.66	2.315	424	0.12	-0.02	0.08	0.32	1.78
464	Témoin TTbis	19.63	9.48	2.203	454	0.21	0.26	0.11	0.17	1.06
465	Témoin TTbis	23.55	10.47	2.325	574	-0.41	0.09	-0.06	0.07	0.00
455	G38H03TTbis	18.43	11.96	2.303	446	0.02	-0.16	0.07	0.13	0.66
456	G38H03TTbis	16.85	12.02	2.306	408	0.03	-0.18	0.08	0.11	0.59
88	G38H05TTbis	0.63	10.92	2.304	509	0.63	0.11	0.13	0.21	1.63
300	G38H05TTbis	22.89	12.30	2.291	545	0.31	0.04	0.10	0.25	1.60
16	G38H06TTbis	16.09	9.63	2.329	393	0.28	-0.10	0.11	0.14	0.98
87	G38H06TTbis	19.11	8.46	2.035	408	0.85	-0.10	0.16	0.14	1.51
162	BM10H09TTbis	19.13	7.05	2.361	474	0.68	-0.14	0.13	0.20	1.66
175	BM10H09TT	19.83	-	-	474	0.96	0.16	0.19	0.17	1.74
176	BM10H012TT	15.72	11.37	2.309	381	0.47	-0.11	0.14	0.12	1.10
211	G20H02TT	13.17	11.92	2.296	318	0.02	-0.06	0.17	0.10	0.54
196	G20H02TT	17.48	11.92	2.296	421	-0.06	0.01	0.14	0.11	0.57
212	G20H04TT	15.74	12.81	2.287	378	0.31	0.17	0.13	0.00	0.00
214	G20H09TT	14.53	10.59	2.325	354	0.13	0.04	0.18	0.15	0.90
215	G20H12TT	17.70	11.93	2.285	425	0.28	0.08	0.14	0.25	1.56
186	G38AA06TT	27.10	9.86	2.308	656	-0.01	-0.01	-0.01	0.14	0.72
188	G38AA06TT	17.18	9.51	2.313	417	0.12	0.10	0.04	0.12	0.73
113	G38HA08TT	23.12	9.84	2.336	573	0.38	0.07	0.13	0.10	0.88
133	G38AH08TT	17.84	10.14	2.329	436	0.18	-0.09	0.12	0.29	1.69
26	Témoin BB	14.55	12.04	2.308	355	0.00	0.00	0.08	0.01	0.00
27	Témoin BB	13.69	12.60	2.297	314	0.01	0.14	-0.01	0.04	0.15
223	G20H06BB	16.62	11.67	2.304	405	0.14	0.27	0.01	0.09	0.58
370	Témoin BS	16.84	12.72	2.304	408	0.01	-0.06	0.02	0.00	0.00
371	Témoin BS	16.22	12.51	2.300	392	-0.02	-0.04	0.01	0.00	0.00

Label:287-35

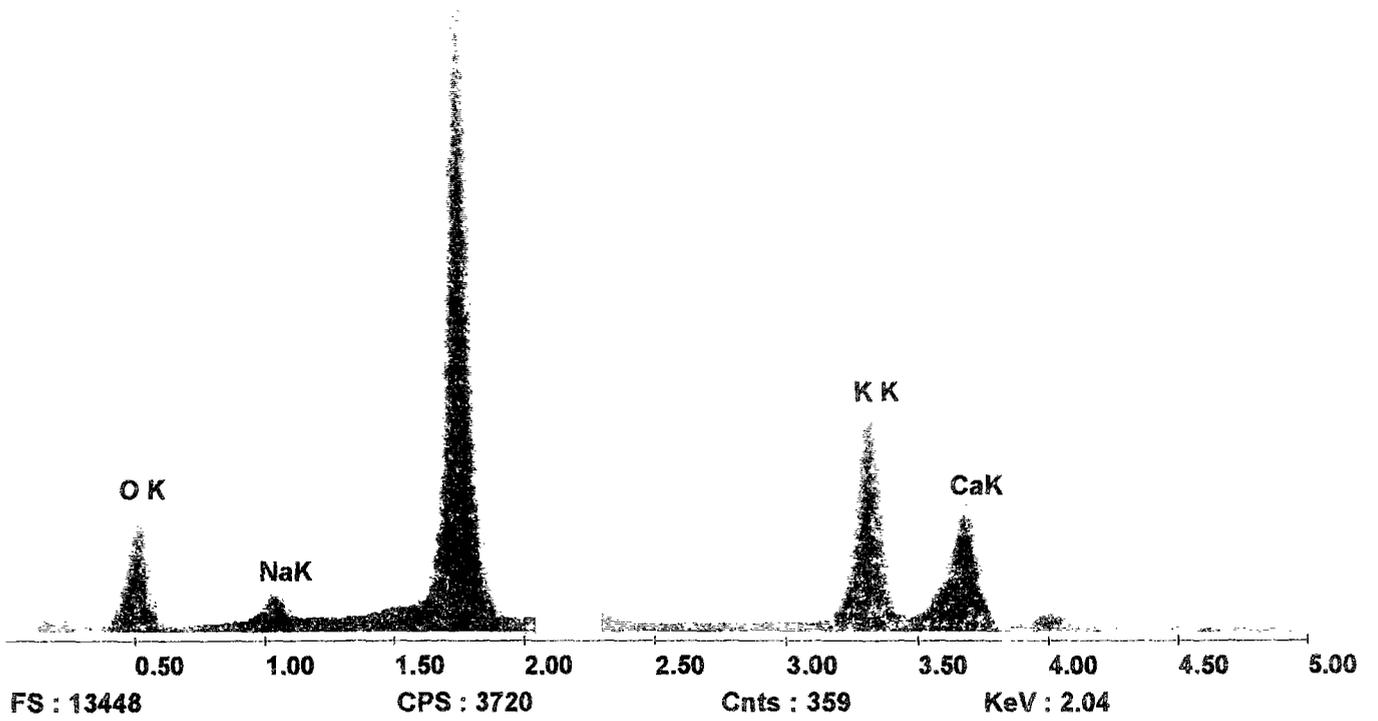
Prst:None

Lsec:99

14:18:22

6- 6-95

SiK



Spectre II : Analyse correspondant à la photo 1. 2

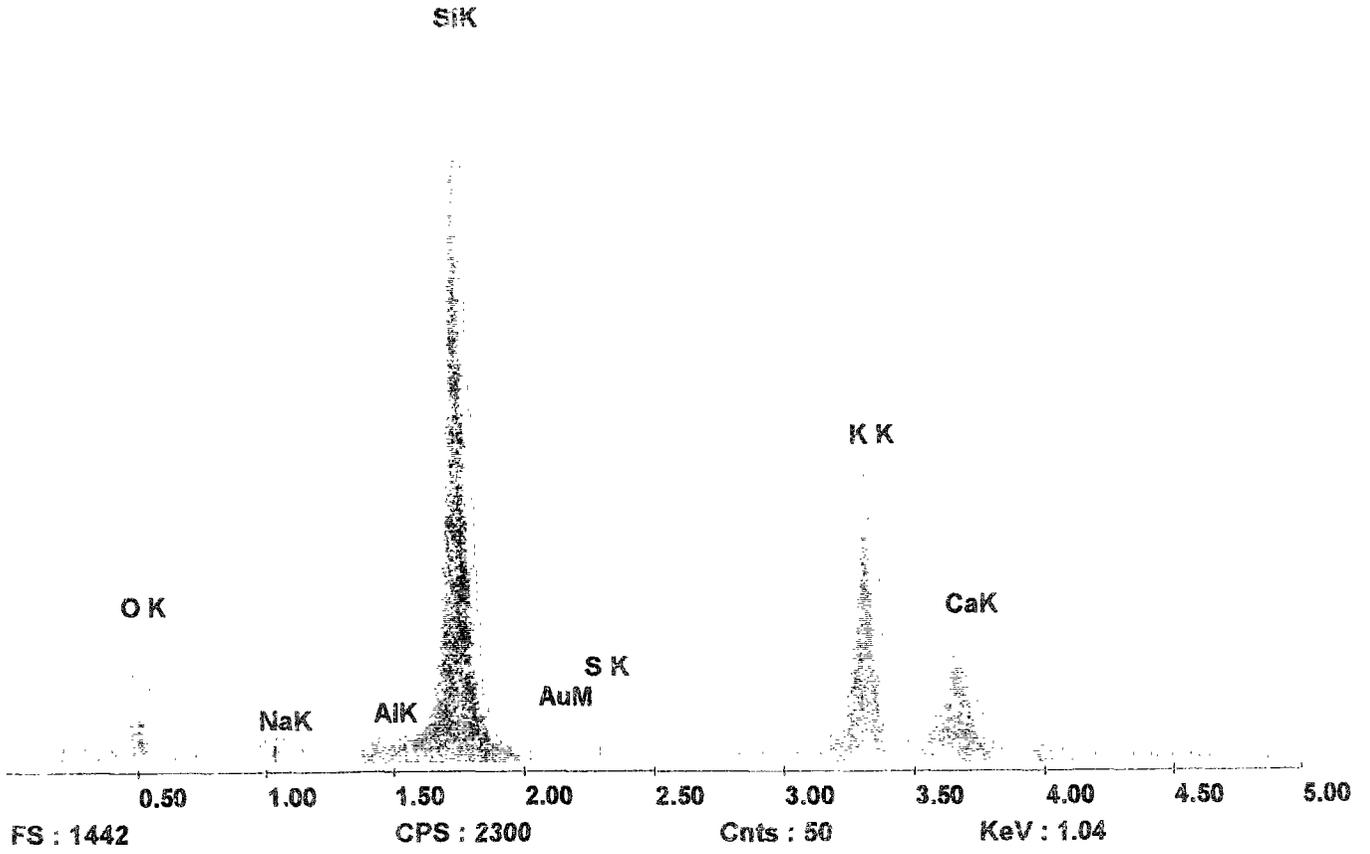
Label:287-49

Prst:None

Lsec:9

11:38:14

6-8-95



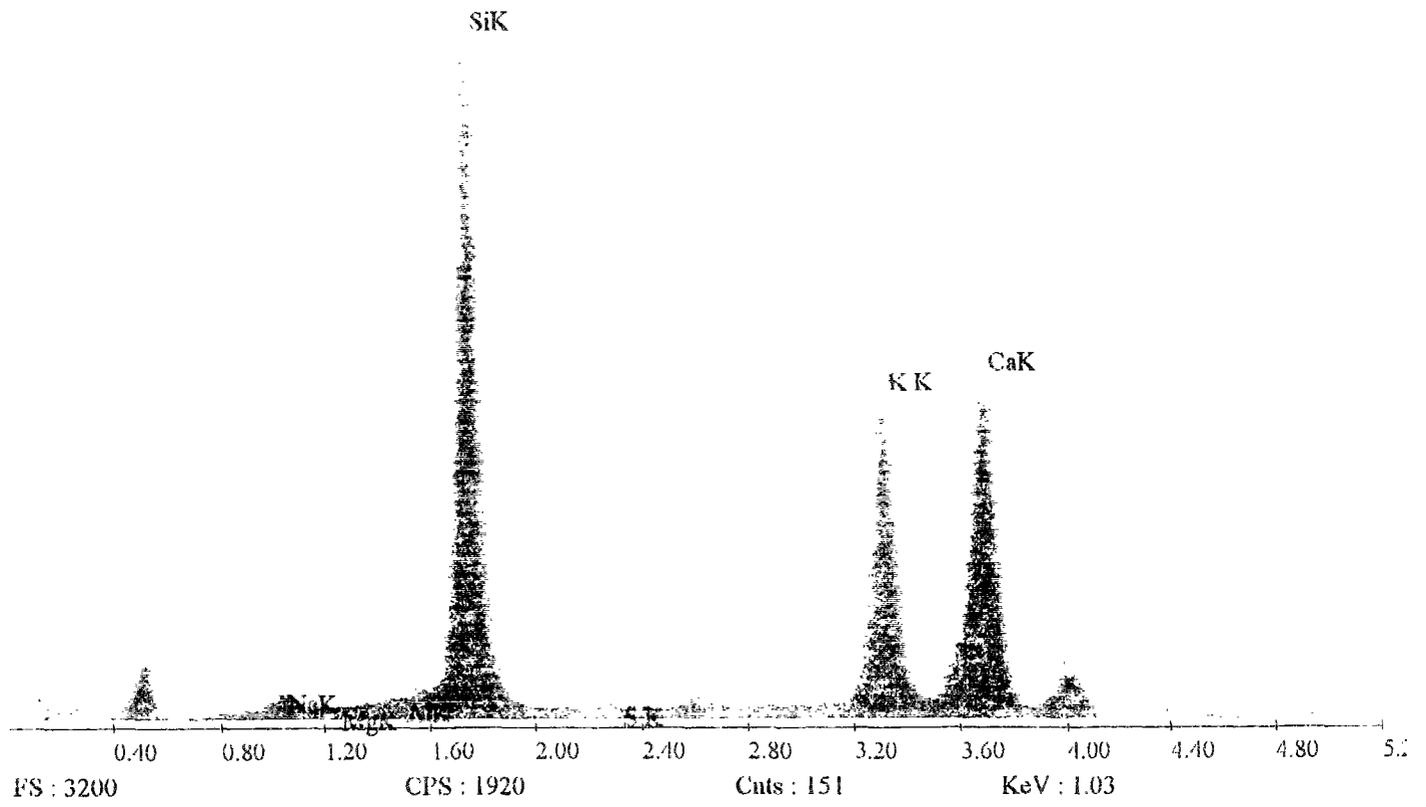
Spectre III : Analyse correspondant à la photo I. 3

Preset : None

Live Time :53

15:56:44

1-26-95



Spectre IV: Analyse correspondant à la photo 1. 4

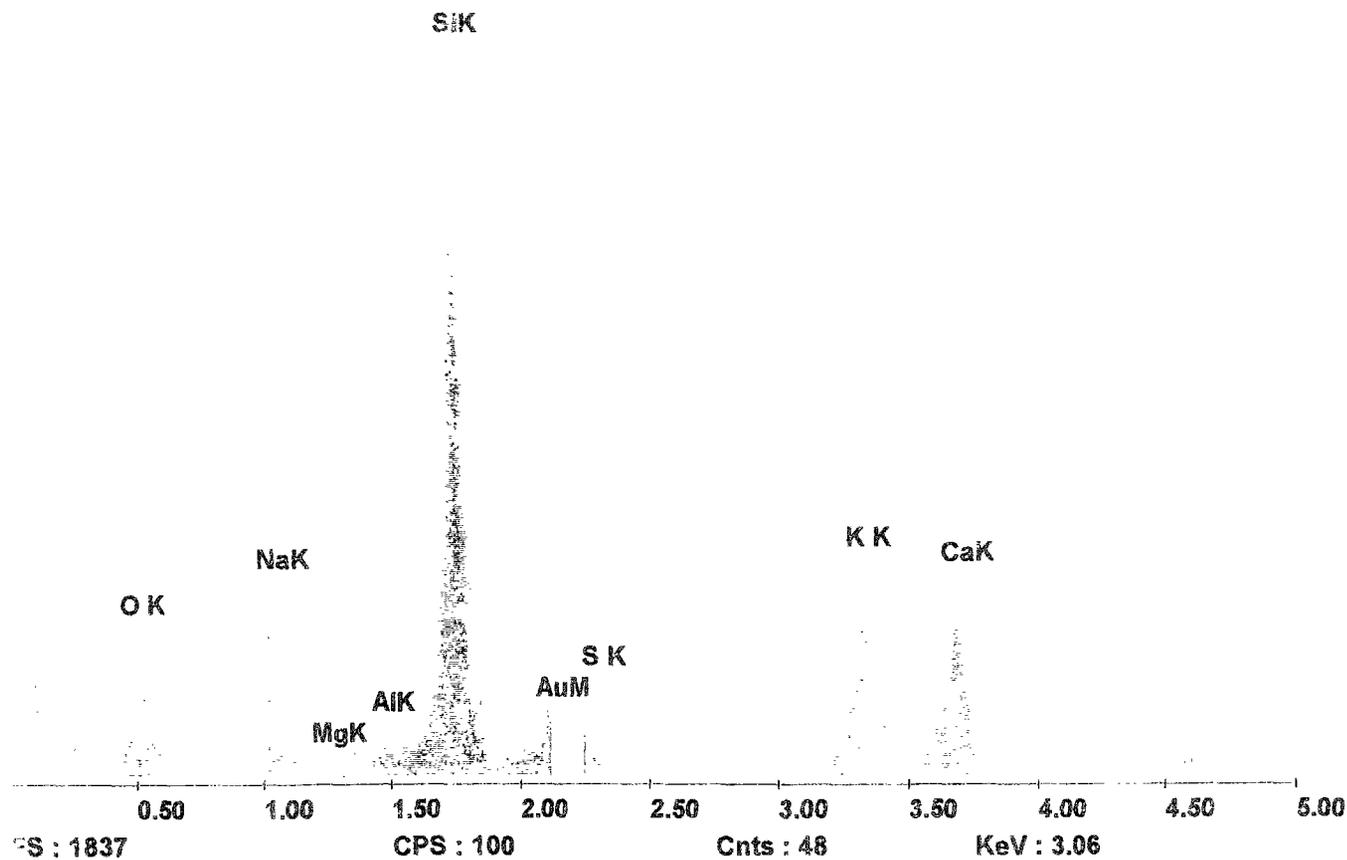
Label:287-15-16

Prst:None

Lsec:69

15:45:17

5-29-95



Spectre V: Analyse correspondant à la photo I. 5

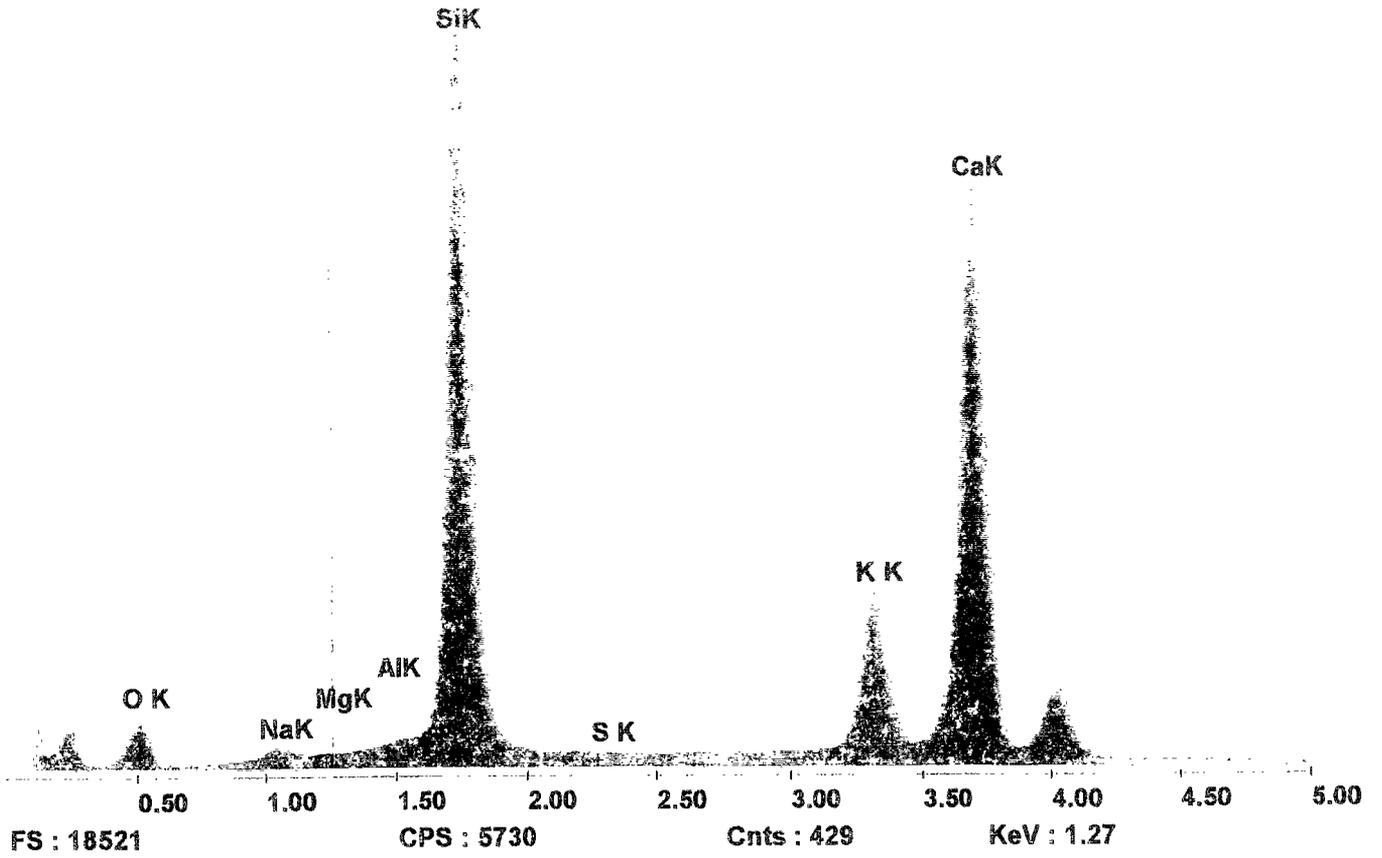
Label:483-23

Prst:200C

Lsec:106

10:41:06

8- 2-96



Spectre VI : Analyse correspondant à la photo VII. 4

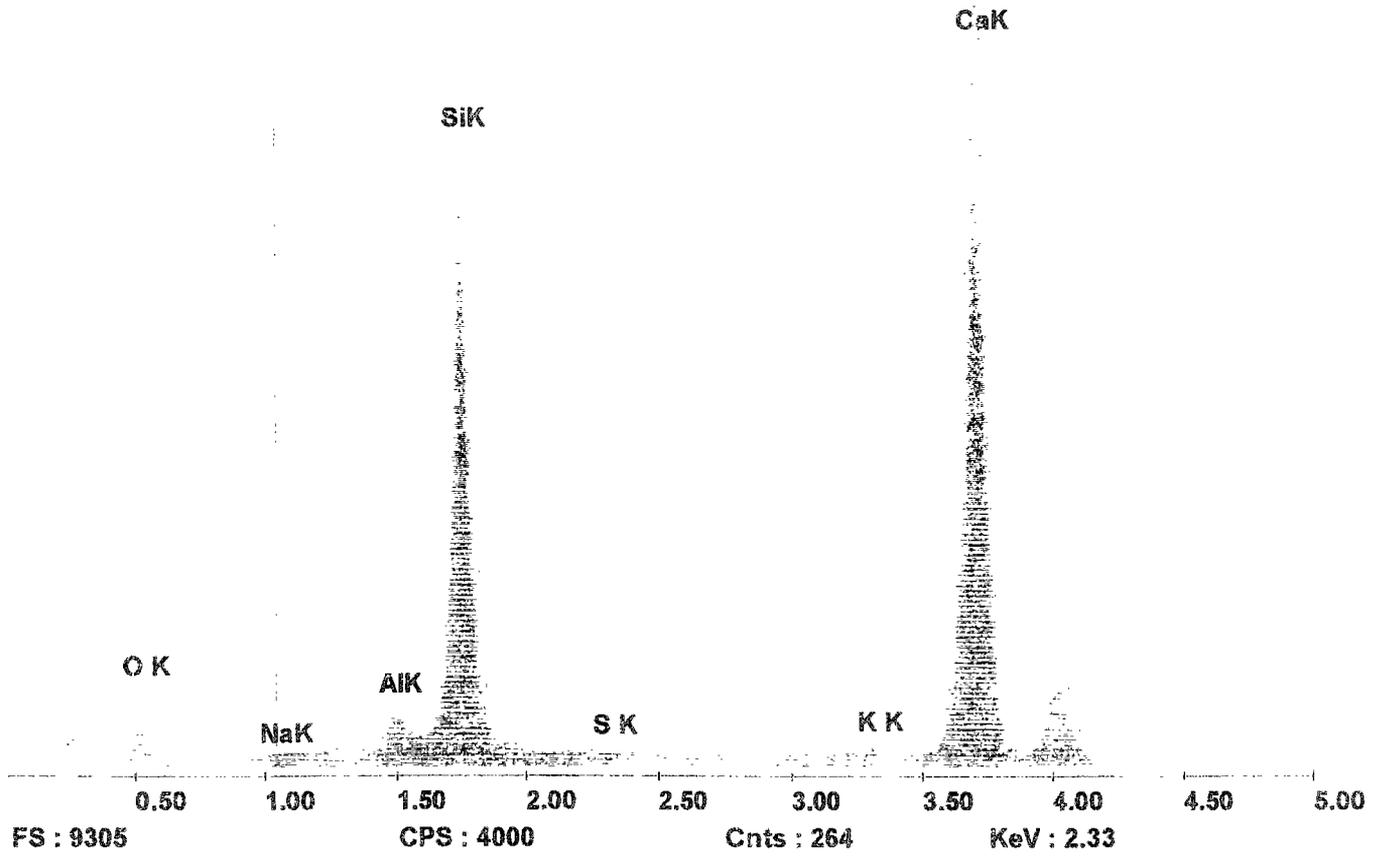
Label:483-14

Prst:200C

Lsec:86

12:28:35

8-1-96



Spectre VII : Analyse correspondant à la photo VII. 5

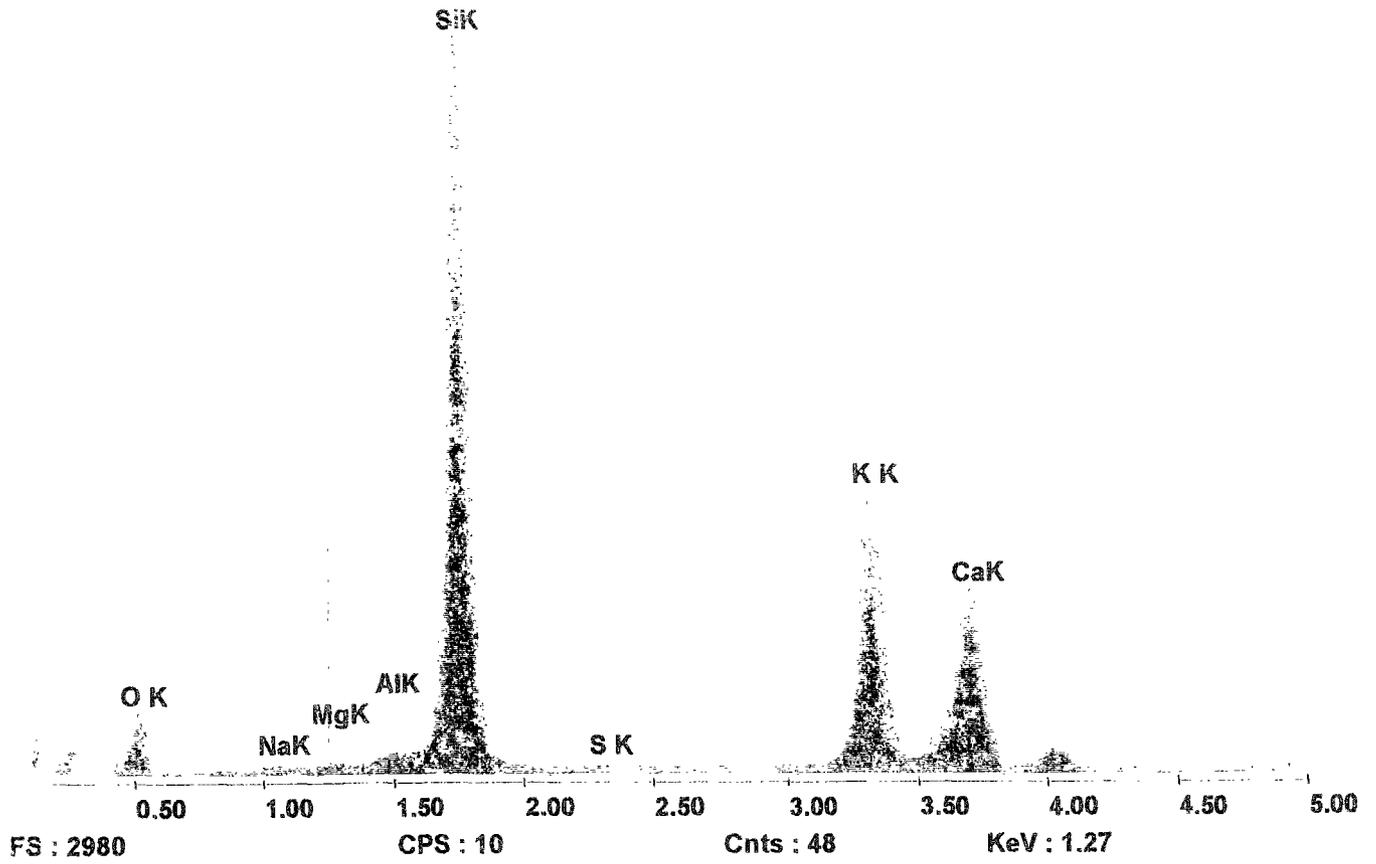
Label:483-19

Prst:200C

Lsec:146

09:18:53

8-2-96



Spectre VIII : Analyse correspondant à la photo VII. 6