



HAL
open science

Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton

Isabelle Guénot-Delahaie

► **To cite this version:**

Isabelle Guénot-Delahaie. Contribution à l'analyse physique et à la modélisation du fluage propre du béton. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1996. Français. NNT : . tel-00523284

HAL Id: tel-00523284

<https://pastel.hal.science/tel-00523284>

Submitted on 4 Oct 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.

NS 20279 (4)

Doctorat de l'École Nationale des Ponts et Chaussées

Spécialité : Structures et Matériaux

X

Thèse présentée par :

Isabelle GUÉNOT-DELAHAIE

pour l'obtention du titre de docteur de l'École Nationale des Ponts et Chaussées

**CONTRIBUTION À L'ANALYSE PHYSIQUE
ET À LA MODÉLISATION
DU FLUAGE PROPRE DU BÉTON**

Soutenue le 15 Octobre 1996 devant le jury composé de :

D. BREYSSE	Rapporteur
H. VAN DAMME	Rapporteur
A. CAPMAS	Examineur
I. CAROL	Examineur
J-M. TORRENTI	Examineur
F-J. ULM	Examineur
P. ACKER	Directeur de thèse

REMERCIEMENTS

Si le souhait de faire une thèse correspond à un projet personnel, sa réalisation dépend également de l'aide et du soutien de nombreuses personnes. Ces remerciements sont l'occasion privilégiée de souligner l'importance de ces contributions et d'exprimer tout d'abord ma reconnaissance pour le cadre de travail exceptionnel dont j'ai bénéficié au Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), plus particulièrement au sein de la Division des Bétons et Ciments pour Ouvrages d'Art.

Je remercie ensuite HENRI VAN DAMME qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse, en plus de celui d'accepter d'être rapporteur de ce mémoire, tâche qu'il a partagée avec DENYS BREYSSE. Je leur suis reconnaissante pour le temps qu'ils ont consacré à la lecture approfondie et l'évaluation de cette thèse et pour l'attention (bienveillante) qu'ils ont portée à ce travail.

Je tiens à remercier, dans un même élan, les autres membres de mon jury :

ALAIN CAPMAS et IGNACIO CAROL, pour les remarques pertinentes dont ils m'ont fait part et pour avoir bien voulu se déplacer (au moins par missive !) pour émettre un jugement sur mon travail ;

JEAN-MICHEL TORRENTI, plus particulièrement, pour sa sympathie et ses critiques constructives, lui qui est en grande partie à l'origine de mon entrée en thèse ;

PAUL ACKER et FRANZ-JOSEF ULM, qui ont dirigé cette recherche avec l'enthousiasme quotidien qui est le leur ; je leur suis particulièrement reconnaissante pour leur disponibilité et la confiance qu'ils m'ont accordée, ainsi que pour la passion qui les anime.

Si subsistent dans ce travail un certain nombre d'erreurs ou de points obscurs, c'est à cause de mon obstination, et en dépit de l'avis de tous ces critiques éclairés.

De nombreux collègues, et amis désormais, ont enrichi ce travail par leurs remarques, leurs suggestions ou simplement, et la tâche n'est pas des moindres, par l'ambiance chaleureuse qu'ils ont contribué à entretenir.

Merci en particulier à toi, VINCENT, pour ta tempérance, ton intégrité et ton humour et merci à toi, PASCAL : vous avez tous deux, grâce à votre soutien, largement contribué, dans les moments les plus sombres, à ce que je ne laisse pas tomber.

Merci également à toi, CARLOS, pour m'avoir facilité en ton temps l'insertion et la vie quotidienne au sein du LCPC.

Merci à vous, MARIANNE, DANIEL, ALAIN, JEAN-MARIE, EDUARDO, GUSTAF : je ne saurais oublier votre passage au LCPC ; il m'a donné quelques bouffées d'horizons lointains.

C'est, grâce à vous tous, humainement plus riche que je sors de cette période de thèse.

A toi, Sébastien, je dédie ce mémoire en reconnaissance de ton amour, ta patience et tes encouragements toujours renouvelés.

SOMMAIRE

RÉSUMÉ	5
ABSTRACT	6
INTRODUCTION	7
CHAPITRE I. PROCESSUS PHYSICOCHEMISTIQUES ET COMPORTEMENT SOUS CHARGE (ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE)	9
I.1. LA STRUCTURATION DU MATÉRIAU	9
I.1.1. Description de l'hydratation	9
I.1.2. Conséquences macroscopiques de l'hydratation	24
I.2. COMPORTEMENT DU MATÉRIAU SOUS CHARGE DE LONGUE DURÉE	31
I.2.1. Définitions	31
I.2.2. Constatations expérimentales	34
I.2.3. Origines physiques et mécanismes	41
I.2.4. Cas des matériaux à hautes performances	50
I.3. LA MODÉLISATION « CLASSIQUE » DU FLUAGE	51
I.4. DÉMARCHE ADOPTÉE DANS CE TRAVAIL DE RECHERCHE	55
CHAPITRE II. ETUDE EXPÉRIMENTALE	57
II.1. MATÉRIAUX	57
II.1.1. Formulation	57
II.1.2. Confection et conservation des éprouvettes de pâte de ciment	58
II.2. DÉTERMINATION DE LA RÉSISTANCE EN COMPRESSION ET DU MODULE D'YOUNG	61
II.3. ESSAIS DE RETRAIT ET DE FLUAGE SUR PÂTE DE CIMENT	63
II.3.1. Description de l'appareillage d'essai	63

II.3.2. Programme expérimental.....	69
<u>CHAPITRE III. PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS</u>	73
III.1. ETAT D'HYDRATATION ET MICROSTRUCTURE	73
III.2. RÉSISTANCE EN COMPRESSION ET MODULE D'YOUNG	83
III.2.1. Résistance en compression.....	83
III.2.2. Module d'Young.....	84
III.2.3. Module d'Young versus résistance en compression.....	86
III.3. ESSAIS DE RETRAIT ET DE FLUAGE SUR PÂTE DE CIMENT.....	86
III.3.1. Résultats de retrait.....	86
III.3.2. Résultats de fluage.....	88
III.3.3. Linéarité du fluage par rapport à la contrainte	94
III.3.4. Pertes relatives de masse.....	97
III.3.5. Recouvrance.....	103
III.3.6. Déformation visqueuse.....	105
III.4. CONCLUSIONS DE L'APPROCHE EXPÉRIMENTALE.....	114
<u>CHAPITRE IV. MODÉLISATION DU COMPORTEMENT VISQUEUX DU MATÉRIAU</u>	117
IV.1. MÉCANISMES SOUS-JACENTS RETENUS	117
IV.1.1. Hydratation.....	117
IV.1.2. Comportement visqueux à court terme.....	118
IV.1.3. Comportement visqueux à long terme	119
IV.2. UN CADRE THERMODYNAMIQUE POUR LA MODÉLISATION	119
IV.2.1. Présentation.....	119
IV.2.2. Equations d'état.....	121
IV.2.3. Lois d'évolution.....	125
IV.3. ACCÈS MACROSCOPIQUE AUX PARAMÈTRES.....	131
IV.3.1. Cinétique d'hydratation.....	131
IV.3.2. Cinétique de déformation visqueuse à court terme.....	135
IV.3.2. Cinétique de déformation visqueuse à long terme	138
IV.4. ALGORITHME DE RÉOLUTION NUMÉRIQUE.....	140
<u>CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES</u>	145
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	149
ANNEXE I. Caractéristiques des matériaux	163
ANNEXE II. Bétons BO et BTHP	165

RÉSUMÉ

Ce travail est consacré à l'étude du comportement sous charge de longue durée du béton et s'inscrit comme une étape vers la modélisation physique du fluage propre.

Ce mémoire présente d'abord une analyse des processus physicochimiques qui ont cours au sein du matériau, en parallèle avec une récapitulation de la phénoménologie du comportement macroscopique sous charge, le tout étant appuyé par une campagne expérimentale sur pâte de ciment, centrée sur l'effet de l'âge du matériau sur la déformation et sur le comportement à la décharge.

Une modélisation à l'échelle macroscopique est ensuite présentée, qui prend en compte, de manière explicite, les mécanismes d'hydratation et de comportements visqueux qui agissent à l'échelle microscopique.

On montre enfin comment les paramètres de ce modèle peuvent être identifiés et déterminés à partir d'essais classiques.

Mots - clés :

Pâte de ciment, béton

Fluage propre, comportement visqueux (court terme, long terme), retrait endogène, mécanismes physiques, vieillissements (en amplitude, en cinétique)

Microstructure, hydratation, cinétique d'hydratation

Thermodynamique des milieux poreux réactifs

ABSTRACT

This research is devoted to the study of the behaviour of concrete under an external long-duration applied load. It may be considered as a step towards physical modeling of basic creep.

An analysis of the chemo-physical processes within the material's microstructure is first presented ; in parallel, the phenomenological aspects of the macroscopic behaviour under load are summed up. The whole is supported by an experimental work which focusses on strain ageing and unloading.

A macroscopic modeling is then proposed which takes explicitly into account the hydration and viscous rate-determining mechanisms acting on the microscopic scale.

Finally, it is dealt with identification and experimental determination of the parameters of the model from standard experiments.

Keywords :

Cement paste, concrete

Basic creep, viscous behaviour (short-term, long-term), autogenous shrinkage, physical mechanisms, ageing (of amplitude, of kinetics)

Microstructure, hydration, hydration kinetics

Thermodynamics of reactive porous media

INTRODUCTION

Les déformations endogènes d'un matériau à matrice cimentaire sont celles qu'on enregistre sur le matériau protégé de tout échange hygrométrique avec le milieu ambiant, dont la température est constante. Elles consistent en une déformation de retrait endogène, obtenue en l'absence de tout chargement, à laquelle s'ajoute une déformation dite de « fluage propre », que nous appellerons plutôt visqueuse, dans le cas de l'application d'une contrainte maintenue constante. C'est sur l'analyse de l'origine et des mécanismes qui régissent le comportement visqueux, ainsi que de sa modélisation, que porte la présente étude.

La formulation d'un béton peut être très variée (variabilité des granulats, du ciment ; variation de la teneur en adjuvant et, le cas échéant, en pouzzolanes dans le cas des matériaux à hautes performances). Malgré cette diversité, le comportement du matériau sous charge de longue durée présente, indépendamment des modes de sollicitations, de nombreuses similitudes. Parmi celles-ci, deux notamment : une influence marquée de l'âge du matériau (vieillesse) sur l'amplitude et la cinétique de la déformation de fluage, et une absence de recouvrance totale en cas de déchargement. Cela suggère l'existence de certains mécanismes fondamentaux qui créent le comportement visqueux, dont l'effet serait modifié quantitativement par la configuration structurelle, en constante évolution, du matériau, plus que par la composition chimique de ses composants. En particulier, le retrait endogène et le fluage propre sont des phénomènes intrinsèques à la fraction de pâte de ciment du composite granulat-pâte de ciment qu'est le béton.

Une description de la structuration, plutôt complexe, de la pâte de ciment et de son évolution dans le temps et sous sollicitation mécanique est ainsi présentée au chapitre I. Elle s'impose comme étape préliminaire indispensable, non seulement à la mise au point du vocabulaire, mais aussi à toute considération ultérieure portant sur l'interdépendance entre les mécanismes agissant au niveau de la microstructure (échelle microscopique) et le comportement mécanique observable sous charge (échelle MACROscopique), dont ils sont à l'origine. Les mécanismes physicochimiques potentiels sont envisagés, du point de vue de leur contribution au développement de la déformation

visqueuse, en termes d'amplitude, de cinétique, de leur séquentialité et leur importance relative. Les échelles temporelle et spatiale mises en jeu sont complexes, les couplages entre les phénomènes sont nombreux.

A la fin de ce premier chapitre sont évoqués les principes et les limites (notamment en matière de prédiction correcte de la réponse du matériau sous des historiques de sollicitation incluant des chargements et des déchargements, du type de ceux auxquels sont soumis la plupart des ouvrages d'art) de la modélisation phénoménologique classique du comportement visqueux, ce qui nous permet de justifier, s'il en était besoin, la nécessité de fonder la modélisation sur des bases physiquement cohérentes.

La démarche expérimentale, dont l'approche théorique ne peut se passer, est exposée au cours des chapitres II (présentation des techniques utilisées) et III (présentation et analyse des résultats) ; elle a été essentiellement centrée sur l'étude du vieillissement de la déformation visqueuse (l'effet de l'âge du matériau) et sur la recouvrance (le comportement au déchargement) d'une pâte de ciment.

Dans le chapitre IV, nous nous attachons à exposer les principes d'une modélisation à l'échelle macroscopique du comportement visqueux du matériau, de l'état de matériau hydratant à celui d'hydraté. Cette modélisation, établie dans le cadre de la thermodynamique des milieux poreux réactifs, prend en compte explicitement les mécanismes physicochimiques par l'intermédiaire de leur cinétique, qui assure un lien significatif entre les deux échelles micro et Macro. Des précédents chapitres sont tirés les enseignements quant à la formulation des hypothèses de découplages, au choix des paramètres pertinents, et à leur détermination expérimentale.

CHAPITRE I.

PROCESSUS PHYSICOCHEMISTIQUES ET COMPORTEMENT SOUS CHARGE

(ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE)

Au long de ce mémoire apparaîtra de nombreuses fois le terme VIEILLISSEMENT, qui désigne l'évolution d'une propriété quelconque du matériau avec son âge, même en l'absence d'action mécanique et d'échange thermique ou hydrique avec le milieu environnant. C'est un terme purement descriptif, indépendant des hypothèses qui pourront être faites quant aux origines et mécanismes de cette évolution.

I.1 LA STRUCTURATION DU MATÉRIAU

I.1.1 DESCRIPTION DE L'HYDRATATION

I.1.1.1 LES CONSTITUANTS INITIAUX

Le ciment anhydre - Le ciment Portland artificiel (CPA) est formé de clinker broyé, additionné de quelques fractions de gypse. Le clinker, formé à haute température, à partir de calcaires et d'argiles extraits de carrières, contient un certain nombre d'oxydes qui sont combinés pour former, hormis quelques constituants mineurs, les quatre constituants principaux du ciment, à savoir le silicate tricalcique C_3S , le silicate bicalcique C_2S , l'aluminate tricalcique C_3A et l'aluminoferrite tétracalcique C_4AF . On adopte ici les notations utilisées par les cimentiers : C pour CaO, S pour SiO_2 , A pour Al_2O_3 , F pour Fe_2O_3 et H pour H_2O . C_3S et C_2S forment environ 80 % du ciment, l'abondance du C_3S pouvant atteindre 70 %. Une composition potentielle plus détaillée peut être obtenue (en C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF , carbonates et gypse), grâce à la formule de

Bogue¹, à partir de l'analyse chimique du ciment anhydre (donnant ses proportions en SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, SO₃, CO₂ et CaO libre) [BOGUE 1955].

L'eau - Initialement eau de gâchage, elle sera distribuée au sein de la pâte de ciment, en fonction du mécanisme de fixation impliqué, sous diverses formes² qu'il est impossible de distinguer de manière pratique, allant de l'eau chimiquement liée aux hydrates à l'eau capillaire, en passant par l'eau de sorption.

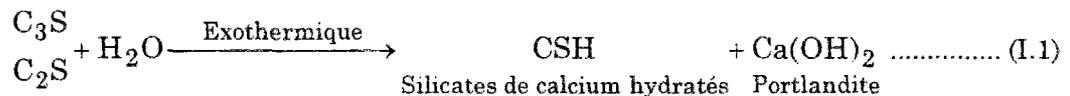
Les ultrafines et les fluidifiants - Ils sont utilisés dans le cas des matériaux dits à hautes performances, désormais d'emploi relativement courant, qui seront évoqués à la fin de ce chapitre.

En présence d'eau, les constituants du ciment donnent des hydrates qui s'organisent en une structure mécaniquement résistante : la pâte de ciment.

I.1.1.2 DE L'HYDRATATION DU CIMENT ANHYDRE OU PROCESSUS DE FORMATION DE LA PÂTE DE CIMENT

La réaction d'hydratation englobe, en fait, tout un cortège de réactions interdépendantes, et de cinétiques différentes, au cours desquelles les grains de ciment anhydre initiaux sont progressivement dissous, en même temps que se forment de nouvelles entités plus ou moins bien cristallisées ayant incorporé des molécules d'eau dans leur structure.

Hydratation des silicates - Au contact de l'eau, les silicates se dissolvent (les silicates tricalciques plus rapidement que les silicates bicalciques). Un premier type d'hydrates précipite. Les silicates anhydres étant plus solubles que ces hydrates, ils vont sursaturer la solution et causer la précipitation d'autres hydrates ; il en résulte une diminution de la concentration des espèces en solution, ce qui autorise à nouveau le passage des constituants anhydres en solution (ce processus de dissolution-précipitation est appelé également mécanisme Le Châtelier). Les réactions chimiques peuvent être schématisées sous la forme suivante :



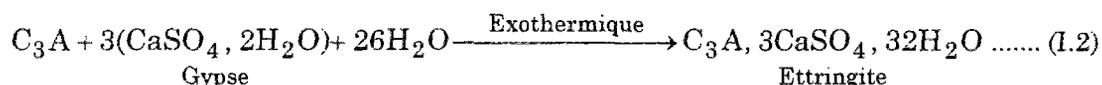
¹ La simplicité d'emploi de la formule de Bogue ne doit pas cacher un manque certain de précision dans de nombreux cas, notamment parce que l'application de cette formule suppose, d'une part, que les réactions de formation des composés sont totales et, d'autre part, qu'il est fait abstraction des impuretés (magnésie et alcalins) ; la composition obtenue n'est ainsi que potentielle [DELOYE 1991].

² On revient plus loin sur cette classification.

L'appellation CSH (de l'anglais Calcium Silicate Hydrates) fait référence à une famille de phases solides, de structure cristalline imprécise (sur laquelle on reviendra plus loin) et de composition chimique extrêmement variée, toujours sous investigation [BEAUDOIN et al. 1992] [MASSAZZA et al. 1992] [RICHARDSON et al. 1992] [VERNET 1994]. On s'en tient donc à l'écriture de réactions indicées : les fractions molaires de C, S et H peuvent s'écarter de la composition stoechiométrique selon les conditions physicochimiques de précipitation ; le rapport chaux sur silice C/S, qui est fonction de nombreux facteurs tel l'avancement de l'hydratation, le rapport eau/ciment ou la température ambiante, se situe dans un domaine de valeurs qui varie selon les auteurs (on retiendra un rapport compris entre 1,6 et 2 [TAYLOR 1990]) et le rapport eau liée chimiquement sur silice H/S dépend de l'état de saturation du matériau.

Du point de vue de leur morphologie, on est en fait amené à distinguer trois ou quatre types de CSH selon la période de l'hydratation à laquelle on se place : les CSH I (d'existence contestée) et II cristallisent les premiers dans l'espace disponible entre les grains anhydres (ces hydrates sont dits « externes ») ; les CSH III et IV sont plus tardifs et peuvent occuper la place des grains anhydres originaux (ces hydrates sont dits « internes ») [DIAMOND 1976].

Hydratation des aluminates - La réaction de l'eau et du C₃A serait quasi-instantanée et violente si elle n'était retardée par l'ajout de gypse (i.e. du sulfate de calcium) :



Le produit obtenu est le trisulfo-aluminate de calcium hydraté, ou ettringite, qui cristallise sous forme d'aiguilles caractéristiques, souvent rayonnantes autour des grains de ciment anhydre. En cas d'excès de C₃A par rapport au gypse, l'ettringite réagit avec celui-là pour former des monosulfo-aluminates de calcium hydratés qui, eux, cristallisent sous forme de plaquettes hexagonales, disséminées dans les fibres de CSH.

La réaction entre l'eau et le C₄AF aboutit aux mêmes produits qu'avec le C₃A, en substituant aux aluminates des alumino-ferrites.

Les différentes réactions chimiques évoquées jusqu'ici sont fortement exothermiques.

Déroulement (cinétique) du processus - Trois grandes étapes sont à distinguer (si l'on suit le dégagement de chaleur pendant l'hydratation, on en distingue plus précisément cinq, à savoir la période de gâchage, la période dormante (ou latente), la prise, le durcissement et la période de ralentissement [VERNET et al. 1992]) :

1. A l'état frais, grains de clinker et de gypse sont isolés, en suspension dans la phase liquide connexe constituée par l'eau. Autour de ces grains de ciment anhydre se forme une couche protectrice d'un gel de CSH.

2. La prise débute environ 8 à 12 heures (en isotherme) après le début du malaxage. Elle marque le passage quasi-instantané d'un état de suspension dense de particules plus ou moins dispersées à un état solide continu, selon la théorie de la percolation [ACKER 1988] : la couche de gel de CSH qui entourait les grains se rompt, laissant place à

la précipitation de la portlandite³ et d'un CSH fibreux secondaire ; cette croûte d'hydrates, croissant à la périphérie des grains isolés, rompt la connexité de la phase liquide par agglomération de ces derniers, jusqu'à ce que naisse un premier réseau de particules connectées. Le squelette rigide ainsi formé, à la fois par agrégation colloïdale et croissance cristalline [VAN DAMME 1994], est poreux, rempli d'eau et d'air⁴.

3. L'après-prise (période de durcissement) voit les réactions d'hydratation se poursuivre, selon une cinétique cependant rapidement ralentie. Les grains de ciment anhydre s'hydratent en premier lieu de façon concentrique sur leur surface, les CSH ainsi créés formant une croûte périphérique croissante. Par suite, l'enchevêtrement des hydrates ralentit la réaction d'hydratation en rendant de plus en plus difficiles et de plus en plus longs les phénomènes de transfert de l'eau intergranulaire vers les grains de ciment anhydre sous-jacents. Les nouveaux hydrates (hydrates internes évoqués plus haut) se forment donc au cœur des grains dans un espace plus restreint, ce qui explique leur plus grande densité par rapport aux premiers hydrates (externes) de la croûte. A ce stade, la diffusion des ions, et donc de l'eau, à travers les couches d'hydrates peut être considéré comme étant le mécanisme dominant régulant la cinétique de l'hydratation.

La présence simultanée des différents anhydres tend à modifier légèrement la cinétique des mécanismes élémentaires présentés plus haut. En particulier, la présence de gypse accélère l'hydratation des silicates.

C₃S et C₃A s'hydratent rapidement⁵ et leur hydratation n'évolue pratiquement plus au delà de 28 jours. C₂S et C₄AF, eux, s'hydratent encore pendant plusieurs mois [REGOURD 1982a] ; en particulier, la réaction des C₂S est de 10 à 20 fois plus lente que celle des C₃S [COPELAND et al. 1960] [TONG et al. 1990].

A tout stade de l'hydratation, la pâte de ciment est constituée de grains de ciment anhydre, de produits d'hydratation divers, et d'un espace de vides contenant de l'eau et de l'air. Les produits d'hydratation sont, hormis les produits très mineurs (sulfo(ferro)-aluminates de calcium hydratés, en faible pourcentage), les cristaux de Portlandite⁶ Ca(OH)₂, de forme hexagonale, qui ont précipité à partir de la solution interstitielle et qui sont empilés entre les grains de ciment hydraté, insérés dans une matrice de CSH.

Ces CSH, qui occupent la plus grande partie⁷ de la pâte, confèrent au matériau ses propriétés mécaniques ; du fait des cinétiques d'hydratation évoquées plus haut, les C₃S contribuent à sa résistance et son durcissement à moyen terme, l'influence des C₂S se faisant sentir à plus long terme [DOUBLE 1983].

La portlandite contribue à la prise, en favorisant la percolation, mais contribue peu à la résistance.

³ Cette précipitation consomme brutalement des ions Ca²⁺ et OH⁻ ; la dissolution des constituants du ciment est alors accélérée.

⁴ d'air occlus, dont le volume, irréductible pour les bétons classiques, représente au minimum 1 % environ du volume total, et éventuellement d'air entraîné, en cas de présence d'un agent entraîneur d'air.

⁵ C₃A s'hydrate même très rapidement ; rappelons que la présence de gypse empêche que cette réaction soit instantanée.

⁶ 25 à 27 % en volume pour une pâte de ciment ordinaire.

⁷ 50 à 70 % en volume pour une pâte de ciment ordinaire.

I.1.1.3 DE LA STRUCTURE DE LA PÂTE DE CIMENT

Le comportement mécanique du matériau « pâte de ciment » est gouverné par l'arrangement de ses différents constituants. Nous nous arrêtons ici plus en détails sur chacune des « phases » de la pâte de ciment, à savoir la phase solide (gel d'hydrates essentiellement constitué de CSH), l'espace des vides (porosité totale incluant la porosité du gel) et l'eau.

Les CSH

On a déjà évoqué la disparité des CSH du point de vue de leur composition chimique et de leur morphologie.

Les particules solides de CSH, de taille colloïdale⁸, forment un gel⁹ amorphe. Une visualisation au microscope montre que leur structure¹⁰ semble constituée de feuillets très minces (2 à 3 selon [KANTRO et al. 1962]), dont l'épaisseur moyenne est de 30 Å et dont l'écartement (espace interfoliaire¹¹) est d'environ 17 Å, i.e. $17 \cdot 10^{-10}$ m (rappelons ici la dimension diamétrale de l'ordre de 2,6 Å de la molécule d'eau), s'enroulant sur eux-mêmes en formant des tubes creux. Cette structure complexe est cependant encore sujette à controverse.

Divers modèles de l'unité structurale du gel de CSH, fondés sur des constatations expérimentales indirectes, existent (illustrés sur la figure I.1), qui visent à reproduire ses évolutions (en particulier du fait de l'interaction eau/microstructure) et à les corrélérer avec les manifestations mécaniques macroscopiques du matériau, et notamment sous charge :

Modèle de Munich - Il tente d'expliquer les variations volumiques de la pâte de ciment en fonction de l'humidité relative et des sollicitations mécaniques ; il suggère que, pour des HR inférieures à 40 %, on enregistre une déformation dite de Bangham, due à la variation de l'énergie superficielle¹² de la surface solide du gel (par adsorption d'eau sur celle-ci), déformation à laquelle s'ajoute, pour des HR supérieures à 40 %, une déformation liée à la pression de disjonction. Dans ce dernier cas, les particules sont séparées par de minces films d'eau dus à l'action d'étalement de la pression d'eau, d'où une structure mécaniquement moins stable qu'à l'état sec. Ce modèle est considéré comme satisfaisant pour des prévisions quantitatives des propriétés, bien que l'hétérogénéité du gel ne soit considérée que forfaitairement : une moyenne statistique remplace la prise en compte de la morphologie individuelle des particules de CSH [WITTMANN 1968].

⁸ Ou plutôt dont la grande surface spécifique fait penser aux particules colloïdales.

⁹ Il semble qu'on tende de plus en plus vers l'acceptation d'une structure nanocristalline amorphe des CSH, rendant l'appellation « gel » impropre.

¹⁰ Un temps assimilée à la structure de la tobermorite (idée abandonnée depuis, démentie par des résultats de RMN [WITTMANN 1980] [TAYLOR 1986]).

¹¹ Ou inter-feuillet, ou intercouche... selon les auteurs.

¹² Quand l'humidité relative, et par là l'épaisseur du film d'eau adsorbé, augmente, cette énergie diminue.

Modèle de Powers et Brownard - La pâte de ciment est assimilée à un gel principalement constitué de particules colloïdales de CSH. Celles-ci sont modélisées sous forme de 2 à 3 feuillets élémentaires enroulés sur eux-mêmes¹³, de haute surface spécifique ; les interactions physiques entre particules sont assurées par l'eau adsorbée et, en certains sites, directement par des ponts ioniques. Hormis une première porosité déterminée par l'arrangement des particules de gel, ce modèle attribue au gel d'hydrates une porosité intrinsèque, constituée par des pores de très petites dimensions, porosité de volume constant. L'eau des espaces interfoliaires est supposée liée fortement aux feuillets de CSH et ne peut être enlevée qu'à faible humidité relative et séchage très avancé ; ce phénomène est irréversible dès la première désorption [POWERS 1964]. Selon ce modèle, le retrait et le fluage sont essentiellement liés à des mouvements d'eau adsorbée, au niveau des espaces restreints qui existent entre les particules de CSH, mouvements initiés respectivement par l'application d'une charge externe et par des changements d'humidité relative. Ce modèle ne peut expliquer de façon satisfaisante certains faits expérimentaux, en particulier la reprise de masse et la reprise du comportement fluant dans un échantillon de pâte de ciment hydraté que l'on réhumidifie [BEAUDOIN et al. 1992] ; il reste cependant très adapté comme base à l'établissement d'un bilan volumique relativement précis des fractions volumiques des espèces présentes dans la pâte [HANSEN 1986].

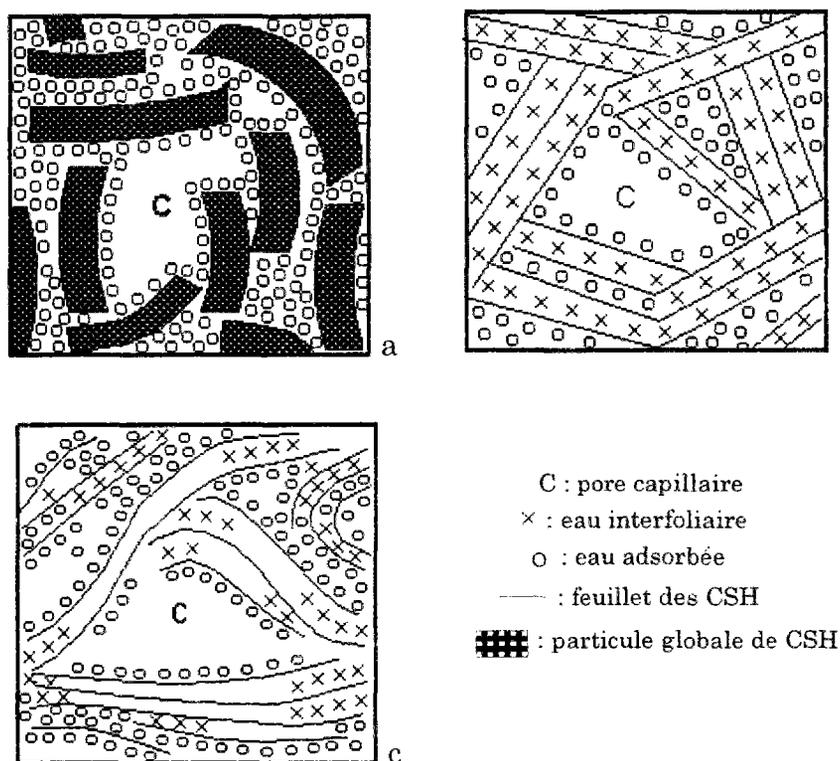


Figure I.1. Modèles microstructuraux du gel de CSH
 (a) Modèle de Munich ; (b) Powers et Brownard ; (c) Feldman et Sereda

Modèle de Feldman et Sereda - La structure en couches des CSH provient de l'arrangement irrégulier de feuillets simples mal cristallisés, qui créent les espaces interfoliaires au cours de leur rapprochement, ces espaces n'ayant ainsi ni dimension, ni

¹³ Pour les pâtes à E/C faible, cette épaisseur peut passer à 4 feuillets.

volume total fixe. La variabilité locale indéniable de la composition et de la structure du CSH, déterminée par les conditions locales qui président à sa formation [Young 1982], est ainsi transcrite. Dans ce modèle, les feuilletts sont capables d'avoir un mouvement relatif, qui est de plus réversible. La pénétration ou le départ d'eau des espaces interfoliaires est ici possible, pas forcément réversible cependant ; l'adsorption possible, selon ce modèle, de molécules d'eau dans les régions interfoliaires permet ainsi d'expliquer les différences rencontrées entre les mesures de surface spécifique et celles déduites du modèle de Powers. Les liaisons interfoliaires sont du type solide/solide, i.e. d'une intensité comprise entre celle, faible, des forces de Van der Waals et celle, élevée, des forces ioniques/covalentes ; un séchage peut entraîner la création de liaisons supplémentaires, toutefois détruites par remouillage.

Ce dernier modèle est considéré comme étant, à ce jour, le plus à même de justifier la plupart des comportements mécaniques du matériau, en particulier concernant le retrait, le fluage et les phénomènes de sorption [FELDMAN et al. 1968]. Sa description de la topographie des CSH est, en tout cas, la plus poussée et c'est en cela, essentiellement, qu'il diffère du modèle de Munich.

En tout cas, il ressort de cette présentation de quelques modèles de CSH que différents espaces poreux sont mis en jeu, dont il convient de préciser la nature.

La porosité

Le réseau poreux est déterminé par l'agencement mutuel des divers produits d'hydratation. Leurs dimensions s'étalent sur plusieurs ordres de grandeur (cf. figure I.2).

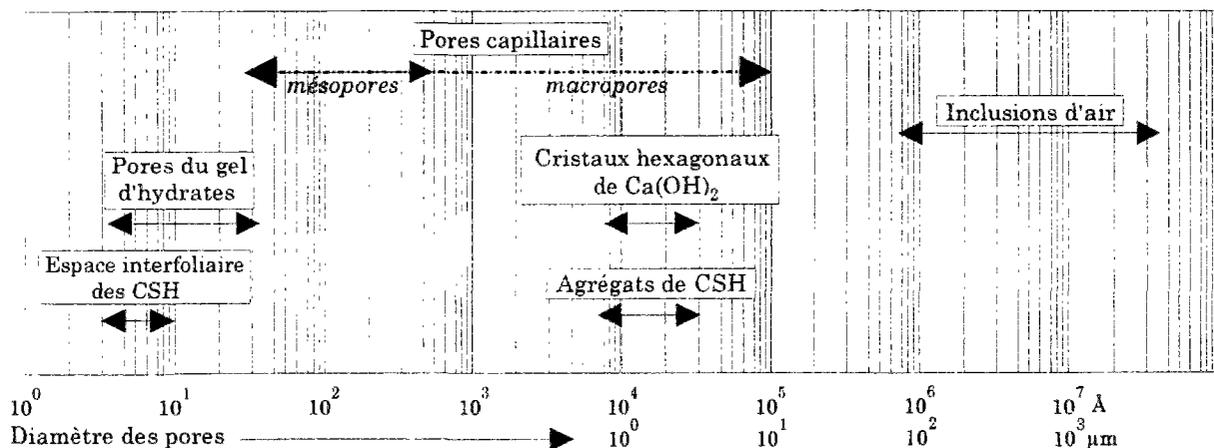


Figure I.2. Répartition schématique des différents ordres de grandeur impliqués dans la structure de la pâte de ciment (adapté de [VAN BREUGEL 1991])

Cependant, comme le montre par exemple son spectre de distribution déterminé par un essai "classique" de porosimétrie au mercure (cf. figure I.3), la porosité totale d'une pâte de ciment, i.e. le volume des vides qu'elle contient rapporté à son volume total, est essentiellement bimodale (deux dimensions principales de pores, voire trois si l'on assimile ou non les bulles d'air occlus à une porosité millimétrique) : on distingue ainsi

les pores capillaires (dont la dimension est de quelques centaines d'angströms) et les pores des hydrates (de taille nanométrique)¹⁴, ces différents pores étant interconnectés.

Les pores capillaires - Espaces intergranulaires initialement occupés par l'eau de gâchage et qui n'ont pas été comblés par les hydrates, les pores capillaires sont les plus grossiers. Parmi eux, on distingue parfois les mésopores (qui vont de 26 à 500 Å) et les macropores (de taille supérieure à 500 Å) [YOUNG 1982]. Du fait du remplissage progressif des capillaires par les produits d'hydratation, le réseau capillaire, initialement connecté, devient discontinu, excepté pour les matériaux à E/C élevé (supérieur à 0,6) dont le réseau poreux capillaire resterait continu [NEVILLE 1981] [GARBOCZI 1993]. A un âge donné, le volume global, ainsi que la dimension typique de ces pores, diminuent avec le rapport E/C.

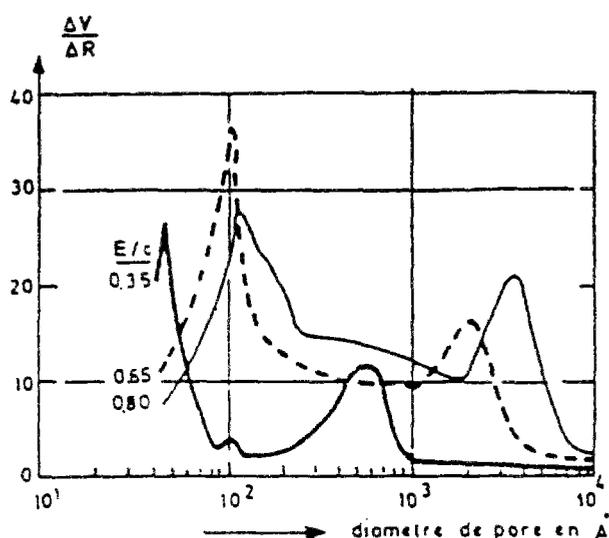


Figure I.3. Courbe de distribution de la porosité pour des pâtes de ciment à divers E/C (tiré de [VERBECK et al. 1968])

Les pores des hydrates - Ces espaces interfoliaires peuvent être qualifiés de « nanopores ». Leur rayon caractéristique (environ 17 Å) est indépendant de la formulation de la pâte de ciment (du rapport eau/ciment en particulier), ainsi que de l'avancement de l'hydratation [PEARSON et al. 1983] [BEAUDOIN et al. 1992] [MAGGION 1992] [BAROGHEL-BOUNY 1994]. Ils constituent une porosité intrinsèque aux CSH, représentant au minimum 26 à 28 % en volume pour une pâte ordinaire. Ils sont souvent considérés comme étant en permanence saturés au cours de l'hydratation (par de l'eau, qui est forcément adsorbée dans ces pores de très petites dimensions, et qui n'est alors plus disponible pour la réaction d'hydratation) ; Baroghel-Bouny a récemment suggéré que, dans le cas de matériaux à hautes performances, ces pores commenceraient à être « vidés » à partir du moment où toute l'eau capillaire a été consommée [BAROGHEL-BOUNY 1994].

¹⁴ Nous rejetons ici les appellations courantes, définitivement mal choisies, de macropores et micropores pour désigner respectivement les pores capillaires et les pores du gel d'hydrates, appellations qui ne font qu'ajouter à la confusion vis-à-vis des tailles de pores concernées.

Au fur et à mesure de l'avancement de la réaction d'hydratation, la quantité d'espèces anhydres et la porosité capillaire diminuent (et par là-même la porosité totale), alors que la fraction volumique d'hydrates et la microporosité augmentent (cf. figures I.4 et I.5).

La forme des pores est très accidentée : elle est parfois caractérisée par une forme dite en bouteille d'encre, i.e. un domaine connexe de pores de grande taille qui n'est accessible que par des « goulots » dont la taille maximale est significativement inférieure [ALFORD et al. 1981]. La surface des pores, notamment, se caractérise par un arrangement très irrégulier et très rugueux, qui se prête à être interprété grâce au concept de géométrie fractale [MAGGION 1992].

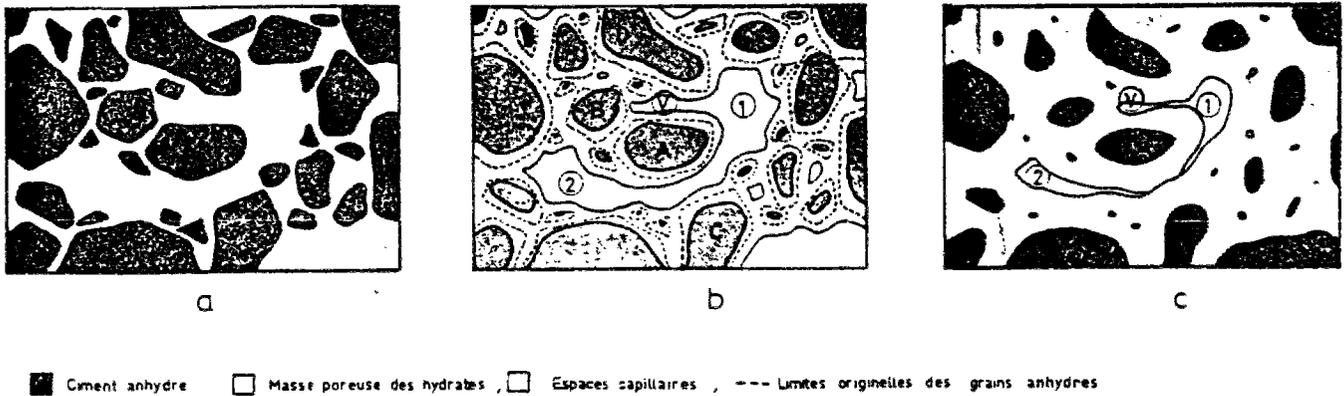


Figure I.4. Évolution de la structure d'une pâte de ciment au cours de l'hydratation (tiré de [GRANJU 1974])

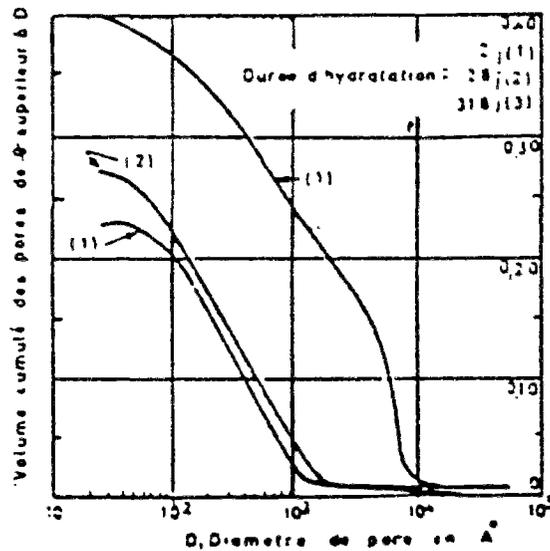


Figure I.5. Évolution de la porosité au cours de l'hydratation (tiré de [DIAMOND 1971])

État de l'eau dans la pâte de ciment durcie

Initialement eau de gâchage, elle est distribuée au sein de la pâte de ciment, en fonction du mécanisme de fixation impliqué, sous diverses formes qu'il est impossible de distinguer de manière pratique, allant de l'eau chimiquement liée aux hydrates à l'eau capillaire, en passant par l'eau de sorption.

ENCART 1. LES TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION DU RÉSEAU POREUX

Caractériser le réseau poreux implique de déterminer à la fois porosité totale, distribution de la dimension et de la géométrie des pores.

Plusieurs méthodes existent, qui n'ont pas la même finalité, mais qui peuvent être considérées comme complémentaires :

- La microscopie électronique permet une analyse qualitative de la forme des pores les plus grossiers par observation directe. Cependant, leur défaut est que, malgré un pouvoir de résolution très poussé, il n'est pas possible d'appréhender la porosité de façon globale et il est très difficile d'aboutir à des données quantitatives.
- Porosimétrie au mercure et techniques d'intrusion des pores par un solvant de remplacement font partie des techniques indirectes de caractérisation. Ces méthodes sont délicates à mettre en oeuvre et passablement dommageables pour la microstructure de la pâte. Les résultats ainsi obtenus sont dispersés, dépendant fortement de la préparation des échantillons, en particulier du mode de séchage [RIBES 1995]. Par ailleurs, elles ne donnent aucune information sur la forme des pores mais permettent en revanche de les quantifier. Ces techniques (tout comme les observations microscopiques) sont adaptées à la caractérisation de la macroporosité (la porosimétrie au mercure convient pour les pores de diamètres compris entre 4 nano- et 10 micromètres [WITTMANN 1980], [BAROGHEL-BOUNY et al. 1993]).
- Les isothermes de sorption (de vapeur d'eau en particulier) sont les courbes qui donnent la perte en poids (rapportée à la quantité d'eau présente dans l'échantillon) en fonction de l'humidité relative du milieu ambiant. Elles sont adaptées à la caractérisation des domaines micro- et mésoporeux (pores de dimension inférieure à $20 \cdot 10^{-9}$ m), moyennant des modèles théoriques d'interprétation : B.E.T. (Brunauer, Emmett, Teller) pour caractériser la texture, B.J.H. (Barrett, Joyner, Halenda) pour caractériser la distribution poreuse. Aucun prétraitement susceptible d'altérer la microstructure n'est nécessaire, d'où l'avantage [BAROGHEL-BOUNY et al. 1993]. Toutefois, la stabilité hydrique est indispensable et un certain nombre d'hypothèses sont à formuler, par exemple sur la forme des pores, pour interpréter les isothermes.

Une classification classique consiste à distinguer trois types d'eau :

L'eau chimiquement liée - Cette eau est combinée aux hydrates, dont elle fait partie intégrante, sous forme d'eau de solvatation ou de cristallisation. Elle n'est plus considérée comme faisant partie de la phase liquide du matériau.

L'eau adsorbée - Elle est constituée par les premières couches de molécules d'eau soumises au champ des forces électriques superficielles des particules de CSH (sensibles de 0 à 30 Å des surfaces adsorbantes). Selon que l'énergie de ces forces de liaison est forte ou faible (et par là-même que le caractère de la liaison est labile ou plutôt

permanent), on parle d'eau physi¹⁵ - ou chimisorbée¹⁶. Cette dernière intervient dans le mouillage des grains de ciment et forme, par simple condensation, un film relativement uniforme sur toute la surface du solide qu'elle occupe ; la structure électronique de la molécule d'eau ne varie que très peu dans ce processus. L'eau chimisorbée, elle, est adsorbée, en des sites privilégiés, par établissement d'une réelle liaison chimique avec les molécules d'adsorbant, dont elle favorise la stabilisation des feuilletts ; comme cette liaison implique un transfert d'électrons, la réactivité de la molécule d'eau chimisorbée est fortement modifiée [REGOURD 1982b].

Sierra s'est appuyé sur de multiples méthodes expérimentales, alliant spectroscopie moléculaire et méthodes d'analyse thermique, pour préciser le mode de distribution de l'eau contenue dans l'unité structurale de CSH, pour la structure de laquelle il a adopté le modèle de Feldman et Sereda [SIERRA 1980] (cf. figure I.6). Par ordre décroissant d'énergie de liaison avec le solide, il distingue ainsi :

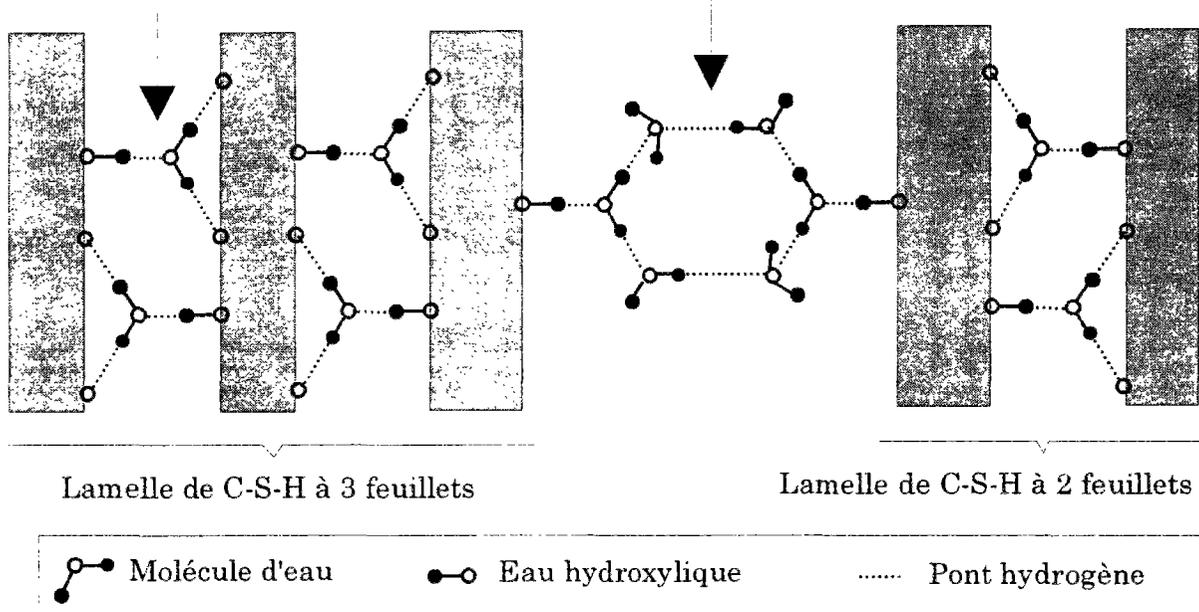
l'eau hydroxylique¹⁷ - les groupements hydroxyles OH liés aux atomes Si ou Ca, sur les faces interne et externe des feuilletts, établissent des liaisons hydrogène avec les molécules d'eau au voisinage des feuilletts ;

l'eau interfoliaire - elle intervient dans la cohésion intrinsèque de la lamelle et est fixée entre les feuilletts par des ponts hydrogène ou des groupements hydroxyle ;

l'eau adsorbée interlamellaire - soumise au champ de forces créé par les lamelles, elle est structurée et fixée sur un hydroxyle isolé ou bien liée à d'autres molécules d'eau.

eau adsorbée interfoliaire

eau adsorbée interlamellaire



L'eau libre - Cette eau échappe aux forces superficielles des particules solides. En excès par rapport à l'eau nécessaire à l'hydratation, elle occupe les pores capillaires, en particulier les macropores. Elle est la première à migrer et s'éliminer lors du ressuage et, surtout, de la dessiccation, lorsque les échanges hygrométriques sont permis avec le milieu ambiant.

Une autre classification, relative aux techniques de caractérisation du réseau poreux, est fréquente, qui consiste à distinguer **eau évaporable** (eau libre et eau physisorbée) et **eau non-évaporable**¹⁸ (eau chimisorbée et eau liée chimiquement).

L'eau est ainsi le siège d'interactions importantes avec la phase solide : toute introduction ou départ d'eau du système se traduira par des modifications des caractéristiques physiques du matériau (volume, densité, porosité) d'autant plus fortes que les molécules concernées seront fortement liées à la surface des particules solides.

I.1.1.4 CAS DES MATÉRIAUX À HAUTES PERFORMANCES

Leur formulation consiste en un faible rapport massique eau sur ciment (E/C) initial, rendu possible par l'apport d'agents qui permettent la réduction des besoins en eau (fluidifiants), et parfois avec l'ajout d'ultrafines (fumées de silice, par exemple).

Les fluidifiants - Ce sont des produits organiques défloculants (vis-à-vis des particules de ciment et des fumées de silice, si le mélange en contient), qui permettent de réduire, dans des proportions considérables, la teneur en eau du matériau, tout en conservant la fluidité nécessaire à sa mise en oeuvre. En effet, tout excès d'eau, inutile à l'hydratation du ciment, augmente la porosité du béton, limitant ainsi à la fois les performances mécaniques du matériau et sa résistance à la pénétration des agents extérieurs (CO₂, chlorures...), qui peuvent conduire à la ruine de l'ouvrage ou du moins en limiter la durée de vie.

Les fumées de silice - [BUIL 1990] Dans les matériaux à base de ciment, elles ont deux effets principaux, l'un pouzzolanique (effet chimique) et l'autre granulaire (effet physique). La potentialité de l'un et de l'autre n'est optimale que si l'on emploie simultanément un fluidifiant. En effet, l'absorption de celui-ci sur la surface des particules siliceuses empêche la formation de ponts entre elles et permet leur dispersion dans le mélange eau-ciment. La fluidification du mélange eau-ciment-fumée de silice dépend de l'addition de fluidifiant, sans laquelle le mélange risque de se raidir de manière quasi-instantanée.

L'effet granulaire (on parle de rôle de filler) est obtenu grâce à la petite taille et à la forme sphérique des particules de silice ; bien dispersées, celles-ci peuvent venir se loger dans les espaces qui existent entre les grains de ciment, dont elles ne perturbent pas l'arrangement géométrique dans la suspension. Les propriétés rhéologiques améliorées du mélange frais permettent alors d'obtenir une pâte plus dense et de très forte compacité.

¹⁸ L'eau non-évaporable est celle qui n'est pas évacuée lorsque l'équilibre est atteint sous 23°C et sous une pression de vapeur de 0,0005 mm Hg [MASSAZZA et al. 1992] ; elle est également retenue lors d'un séchage au four à 105°C [HANSEN 1986] [HELSING-ATLASSI 1993].

L'effet pouzzolanique induit une réaction chimique qui vient s'ajouter à l'ensemble des réactions d'hydratation : les fumées de silice réagissent avec la chaux qui est libérée lors de l'hydratation, pour former des hydrates assez similaires aux CSH. La présence de fumées de silice pourrait par ailleurs avoir un rôle accélérateur sur la cinétique d'hydratation du ciment [MASSAZZA et al. 1992].

Conséquences sur la microstructure de la pâte de ciment - L'ajout de fumées de silice permet de modifier la structure de la pâte de ciment hydratante en réduisant la taille des pores capillaires : d'une part, grâce à la réaction pouzzolanique qui, en plus d'augmenter la proportion de CSH de la pâte de ciment, diminue la quantité de portlandite ; d'autre part, par effet filler, car la simple réduction du nombre de vides permet une structure densifiée (les matériaux HP ont une structure poreuse qui est plus fermée et discontinue ; les tailles de pores sont plus petites et la distribution poreuse est plus uniforme).

Leur porosité capillaire ainsi réduite confère à ces matériaux des propriétés améliorées, non seulement en termes de résistance mécanique, mais aussi de résistance au gel et de durabilité, d'où leur qualification de hautes performances.

1.1.1.5 CARACTÉRISATION DE L'ÉVOLUTION DU MATÉRIAU : LE DEGRÉ D'HYDRATATION

Pour caractériser l'évolution structurale du matériau, on a recours à la notion de degré d'hydratation. On définit le degré d'hydratation comme étant le rapport entre la masse de réactif hydraté et la masse initiale de réactif (ou la fraction massique de réactif qui s'est hydraté).

Degré ou degrés d'hydratation ? Comme nous l'avons vu, l'hydratation du ciment est constituée de plusieurs réactions chimiques, de cinétiques variées et interdépendantes. D'un point de vue pratique (pour la maturométrie, par exemple, ou pour la simulation numérique des effets thermiques), on a recours à des concepts simplifiant ces cinétiques, sans distinction des degrés d'hydratation, entre silicates et aluminates par exemple. On considère un coefficient global, qui tient toutefois compte du fait que la contribution des silicates est majeure dans la composition du ciment d'un béton et dans l'obtention de la résistance de ce dernier.

Détermination « chimique » du degré d'hydratation

La détermination, directe ou indirecte, du degré d'hydratation est généralement fondée sur des méthodes chères aux chimistes.

1. Une première approche simple consiste à déterminer le degré d'hydratation global α comme étant la moyenne pondérée par leurs fractions massiques des degrés d'hydratation α_i de chaque composant du clinker. Il est plus facile de déterminer indirectement les α_i à partir de leur complément, qui est la fraction non hydratée $x_i = 1 - \alpha_i$ de structure cristalline :

- Par microscopie - cette méthode, initialement grossière et essentiellement comparative, bénéficie des techniques, en plein développement, d'analyse d'images : des images, obtenues par microscopie électronique en mode rétrodiffusé, sont

numérisées, transformées en images binaires, dès lors analysables : les grains de clinker anhydre apparaissent clairs et les pores et fissures sont très sombres ; les zones de produits hydratés ($\text{Ca}(\text{OH})_2$ et CSH) couvrent la gamme des niveaux de gris intermédiaires (la détection est permise grâce aux numéros atomiques différents des différentes espèces) [SCRIVENER et al. 1987] [ASH et al. 1993] [LANGE et al. 1994]. Les phases identifiées peuvent alors être décrites quantitativement en termes de volume et de surface spécifiques, de dimension fractale (rugosité des surfaces), de granulométrie...

- Par DRX et analyse quantitative - la détection des silicates C_3S et C_2S anhydres est privilégiée ; leur quantité est proportionnelle à l'intensité des pics correspondant aux raies caractéristiques du C_3S , dans le spectre obtenu par DRX, et de la chaux résiduelle dans une pâte contenant ou non de la silice amorphe.

La qualité et la justesse de ces deux types de détermination peuvent être affectées par différentes sources d'erreurs. Entre autres choses :

pour l'imagerie en électrons rétrodiffusés - évolution de l'hydratation pendant la manipulation, difficulté dans la préparation des échantillons, sélection aléatoire de petites zones et analyse subjective d'images.

pour la DRX - précision des pesées des échantillons, représentativité du sous-échantillon du point de vue de sa composition, orientation préférentielle induite par les cristaux de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ qui par ailleurs risquent de se carbonater pendant l'analyse, précision des statistiques de comptage ;

Par ailleurs, c'est surtout la détection des silicates C_3S anhydres qui est privilégiée (le calcul d'un degré d'hydratation ne pourra se faire qu'en émettant des hypothèses sur les vitesses de réaction des autres composants).

2. On peut également atteindre indirectement ce degré d'hydratation de la façon suivante :

$$\alpha = \frac{E_\chi(t)}{E_\chi(\infty)} \dots\dots\dots (I.3)$$

$E_\chi(\infty)$ serait la quantité d'eau liée pour une hydratation totale du ciment¹⁹. Le principe de son calcul est exposé dans le tableau I.1.

$E_\chi(t)$ est la quantité d'eau liée chimiquement, à l'instant t, par hydratation. Techniquement, il est impossible de n'extraire que cette eau liée ; on assimile ainsi généralement cette quantité à la quantité d'eau non-évaporable.

¹⁹ Cette quantité d'eau n'est que théorique : dans le cas des pâtes de ciment à rapport E/C faible (inférieur à 0,36 [HANSEN 1986]), l'hydratation, faute d'un apport extérieur d'eau, s'arrête avant que tous les grains anhydres n'aient été hydratés.

Composant anhydre	Composition potentielle du ciment anhydre (%) (formule de Bogue)	Masse d'eau nécessaire à l'hydratation complète de chaque composant par unité de masse du composant (%) ²⁰
C ₃ S	f _{C₃S}	24
C ₂ S	f _{C₂S}	21
C ₃ A	f _{C₃A}	40
C ₄ AF	f _{C₄AF}	37
Masse d'eau nécessaire à l'hydratation complète du ciment par unité de masse de ciment anhydre (%) $E_{\chi}(\infty) = 24 \cdot f_{C_3S} + 21 \cdot f_{C_2S} + 40 \cdot f_{C_3A} + 37 \cdot f_{C_4AF}$		

 Tableau I.1. Principe du calcul²¹ de $E_{\chi}(\infty)$

Cette dernière peut être extraite lors d'une analyse thermogravimétrique²², par chauffage entre 105 et 1050 °C. L'eau non-évaporable peut également être déduite des isothermes de sorption de vapeur d'eau comme étant l'eau non perdue lors d'une désorption de 100 % à 3 % [BAROGHEL-BOUNY 1994] (cette méthode n'est cependant utilisable que pour la détermination d'un degré d'hydratation à long terme de matériaux matures, pour lesquels les effets de l'hydratation, fortement ralentie, peuvent être négligés).

²⁰ Ces valeurs, données par Czernin [CZERNIN 1962], correspondent à une stoechiométrie donnée de réaction d'hydratation de chaque composant (par exemple, les CSH obtenus à partir de C₃S et C₂S sont des C₃S₂H₃) ; l'incertitude est plus grande en ce qui concerne les aluminates.

²¹ Ce calcul est loin d'être précis, du fait des incertitudes sur les quantités d'eau consommées par chacun des composants (voir note précédente) et des incertitudes sur la composition chimique potentielle du ciment issue des formules de Bogue.

²² L'analyse thermogravimétrique consiste à peser en continu un échantillon soumis à une montée en température, généralement linéaire, programmée en fonction du temps. Ceci permet de suivre l'évolution de sa masse sous atmosphère contrôlée. Les différentes variations de masse qui se produisent pendant l'expérience sont ainsi affectées aux diverses réactions (thermolyse, réduction, oxydation..., de façon générale, toute réaction qui entraîne un dégagement gazeux ou la fixation d'un composant de l'atmosphère sur l'échantillon analysé) qui se produisent dans l'échantillon, permettant l'accès aux quantités d'eau liées sous ses différentes formes (cf. tableau ci-dessous).

Intervalle de T (°C)	Produit en décomposition
... 105	eau évaporable
105 - 380	eau des hydrates de silicates et d'aluminates
380 - 600	eau de la portlandite
600 - 750	décarbonatation de la calcite (forme la plus stable des carbonates de calcium)
750 - 1000	produits secondaires d'hydratation

La notion de degré d'hydratation devient particulièrement obscure pour un mélange contenant de la fumée de silice, celle-ci étant impliquée dans un autre type de réaction, à savoir la réaction pouzzolanique. On parle alors plutôt d'activité pouzzolanique : par analogie avec le degré d'hydratation du ciment, c'est le rapport entre la masse de silice réactive, ayant réagi avec la chaux libérée par l'hydratation du ciment pour donner des CSH, et la silice réactive totale. En particulier, il n'est pas exclu que cette réaction avec la chaux libère de l'eau²³ [HELSING-ATLASSI 1995]. La mesure de l'eau liée ne suffirait alors plus à la détermination du degré de réaction du ciment. Pour un même degré d'hydratation du ciment, la quantité totale d'eau non évaporable serait donc moindre en cas d'ajout de fumée de silice dans le mélange.

Accès macroscopique au degré d'hydratation

Il existe d'autres méthodes indirectes permettant la détermination du degré d'hydratation à partir de propriétés macroscopiques (f_c , Q , $\epsilon_{\text{retrait libre}}$...), relativement facilement accessibles grâce à des essais souvent classiques, dont l'évolution est directement liée, avec un certain degré de couplage, à celle de la réaction d'hydratation.

Cette détermination résulte de l'exploitation des couplages thermo-chimico-mécaniques dans le matériau au jeune âge. Ces couplages ont été mis en équation dans le cadre de la thermodynamique des milieux poreux réactifs [ULM et al. 1995]. C'est dans ce même cadre que nous choisirons de modéliser le comportement sous charge ; c'est pourquoi nous proposons de continuer ici sur l'évocation des phénomènes physiques consécutifs à la réaction d'hydratation, avant de revenir plus en détails sur la théorie et la modélisation lors du chapitre IV.

De façon générale, quelles que soient la définition et la technique adoptées, il semble qu'on puisse être beaucoup plus sûr (et c'est en fait ce que l'on veut en général) de l'évolution (i.e. la cinétique) que de la valeur (i.e. l'amplitude) du degré d'hydratation, dont on n'obtient qu'une estimation. Les corrélations entre les résultats obtenus à partir de différentes techniques, ainsi que leur précision respective, sont en particulier très dépendantes des difficultés expérimentales (en particulier de l'arrêt de l'hydratation et des durées d'essai ou de préparation d'essai, surtout au jeune âge).

I.1.2 CONSÉQUENCES MACROSCOPIQUES DE L'HYDRATATION

I.1.2.1 ÉVOLUTION DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

L'évolution physicochimique progressive de la microstructure du matériau, consécutive à la progression de la réaction d'hydratation (puis éventuellement aux modifications du CSH amorphe après arrêt de l'hydratation), entraîne un durcissement du matériau qui se traduit, à l'échelle macroscopique, par une évolution de ses propriétés mécaniques (module d'Young et résistances) avec le temps ; le durcissement est donc la manifestation d'un vieillissement du matériau.

²³ On aurait alors $E_{\chi}(t) = E_{\chi_C}(\infty) \cdot \alpha_C(t) - E_{\chi_S}(\infty) \cdot \alpha_S(t)$ où C et S renvoient respectivement au ciment et à la silice amorphe.

Évolution des résistances mécaniques²⁴

Au fur et à mesure de la formation des CSH, le nombre de contacts intergranulaires augmente pendant que la porosité capillaire diminue. Ce lent processus de durcissement conduit au développement de résistances mécaniques considérables [MINDESS et al. 1978] [BYFORS 1980] [TORRENTI 1992].

Sans entrer dans les détails, la résistance en compression d'une pâte dépend essentiellement du degré avec lequel les hydrates remplissent l'espace disponible, c'est-à-dire de la porosité capillaire (et par conséquent, les mêmes paramètres qui jouent sur celle-ci, à savoir la finesse du ciment, la température, le rapport E/C, la composition du ciment, jouent sur la résistance en compression [VAN BREUGEL 1991]) et, en second lieu, de la nature des hydrates formés.

C'est ce qui ressort, du point de vue de la modélisation, de la plupart des relations empiriques disponibles dans la littérature, qui relie résistance et porosité ou rapport E/C [POWERS 1964] [NIELSEN 1993] [BEAUDOIN et al. 1994], relations qui ne prennent généralement pas en compte le fait que les résistances du matériau ne peuvent se développer qu'à partir du moment où le seuil de percolation est atteint, moment pour lequel une certaine proportion de l'hydratation a déjà eu lieu.

Évolution du module d'Young²⁴

Le module d'Young est sensible au volume et au degré de connexion des pores. Tout comme la résistance en compression, il dépend de l'avancement de la réaction d'hydratation : c'est ce qui a été mis en évidence, sur des pâtes de ciment et des mortiers aux jeunes âges, à partir de mesures ultrasoniques donnant accès au module d'Young, le degré d'hydratation étant, lui, déterminé à partir de mesures calorimétriques [BOUMIZ et al. 1996].

La prédiction du module élastique d'un béton à partir des modules élastiques de ses granulats et de sa matrice se prête bien à l'utilisation de techniques d'homogénéisation (en particulier le modèle trispère [DE LARRARD et al. 1992]). A une échelle inférieure, il est possible de modéliser l'évolution du module élastique de la pâte de ciment durcissante à partir du bilan volumique des espèces qu'elle contient, à savoir le ciment anhydre, la portion d'hydrates (y compris leur eau combinée) et les pores capillaires, en utilisant le même principe d'homogénéisation, la matrice étant ici constituée par les hydrates, et les granulats par les grains de ciment anhydre.

Un certain nombre de résultats de la littérature, liant le module élastique de la pâte de ciment à sa résistance en compression, sont regroupés sur la figure I.7 [SPOONER 1972] [GHOSH et al. 1974] [COOK et al. 1980] [HUA 1992] [MARCHAND 1992] [LANGE et al. 1994]. Certains y voient une proportionnalité entre ces deux propriétés mécaniques [LE ROY 1995], le coefficient de proportionnalité semblant être indépendant du type de ciment, du rapport E/C (i.e. de la variation de résistance), de l'ajout ou non d'ultrafines, ainsi que de l'âge du matériau à l'échéance de l'essai ; la disparité entre les résultats des différents auteurs peut notamment s'expliquer par la prise en compte ou non du ressuage, surtout pour les rapports E/C élevés, ainsi que par la méthode adoptée de détermination du module (tangent, sécant...). Si cette relation linéaire est sans doute

²⁴ En plus des phénomènes physiques, on évoque ici, brièvement, certains principes de modélisation de ces propriétés mécaniques.

acceptable en première approche sur une certaine plage de résistance en compression, le module se stabilise beaucoup plus vite au delà de celle-ci.

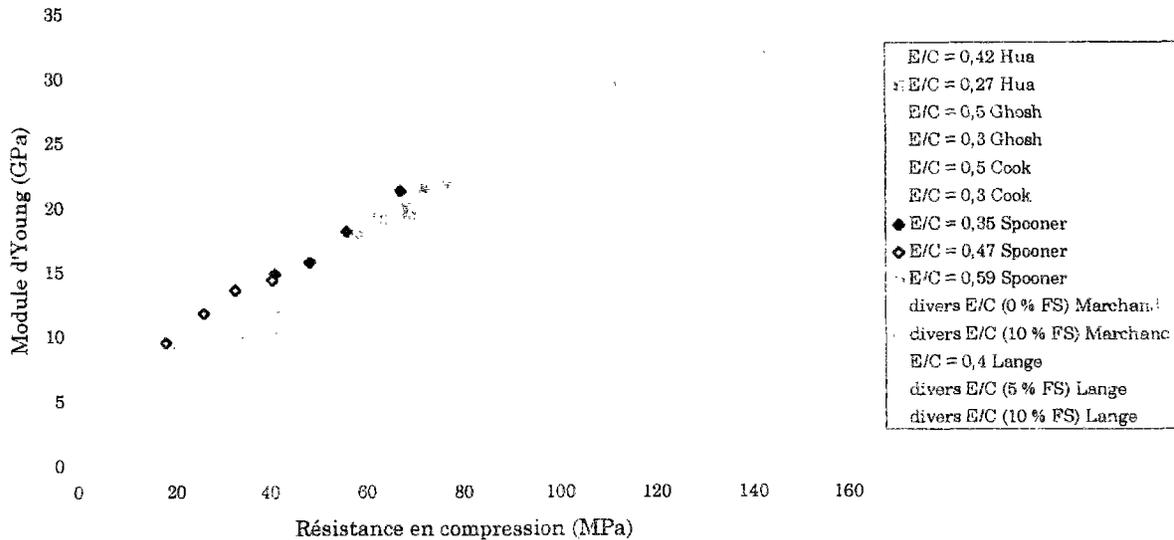


Figure 1.7. Module d'Young versus résistance en compression pour des pâtes de ciment (différents ciments, différents E/C et % de fumées de silice, différentes échéances)

Autres paramètres globaux

Un certain nombre d'autres propriétés caractérisant la texture globale d'une pâte de ciment hydratante - on a déjà évoqué le cas de la porosité totale ; il en va de même pour la masse volumique absolue du solide (hors pores des hydrates) ou la surface spécifique accessible à l'eau²⁵ mesurable par RMN [MAGGION 1992] - ont une évolution linéaire avec l'avancement de l'hydratation ; elles effectuent ainsi environ 90 % de leur potentiel durant le premier mois d'existence du matériau.

Cependant :

La structuration des pâtes de ciment hydratantes n'est pas uniquement déterminée par la hausse du taux de remplissage de la pâte de ciment par les hydrates formés au cours du processus d'hydratation ; elle s'accompagne d'une évolution microtexturale, qui se manifeste depuis les premiers stades de l'hydratation, et peut même se poursuivre sans qu'il y ait hydratation supplémentaire [DAY 1979] [ODLER et al. 1995].

Il a été constaté sur des pâtes pures de C_3S que des modifications importantes²⁶ de la structure des hydrates interviennent encore à différentes échelles, pendant plusieurs

²⁵ Plus précisément, la surface séparant l'eau libre de l'eau en interaction (adsorbée) avec le solide.

²⁶ modifications détectables par RMN au ^{29}Si notamment par hausse du degré de polymérisation des chaînes de tétraèdres SiO_4 de silicate au cours du temps [ZANNI et al. 1995]

mois après que l'hydratation a stoppé²⁷. Cette évolution de la microtexture correspondrait à un réarrangement de l'interface matière / porosité à l'échelle locale, de sorte qu'il occupe de manière quasi-homogène l'espace qui lui est offert (globalement, la structure des hydrates internes serait de moins en moins poreuse et de plus en plus divisée) ; ces modifications suivraient des lois phénoménologiques simples, valables aux différentes échelles, conformément au concept de fractal [MAGGION 1992].

Si le degré d'hydratation constitue le paramètre de contrôle principal, sinon unique, des caractéristiques mécaniques et texturales globales d'une pâte de ciment hydratante, préparée et conservée dans des conditions fixées (ces caractéristiques ont une évolution souvent linéaire avec le degré d'hydratation), caractériser le vieillissement du matériau après arrêt de l'hydratation, vieillissement qui continue d'évoluer (notamment du point de vue microtextural), est en revanche plus délicat.

I.1.2.2 EXOTHERMIE DE LA RÉACTION D'HYDRATATION

Origines physicochimiques

La réaction d'hydratation du ciment qui a lieu lors de la prise du béton est exothermique : elle s'accompagne d'un dégagement de chaleur - de 150 à 400 Joules par gramme de ciment [ACKER 1988] - et le béton s'échauffe, typiquement de 40 à 65°C au-dessus de la température initiale en conditions adiabatiques [TORRENTI et al. 1992]. La vitesse de dégagement est maximale au moment de la prise, mais ce dégagement s'étale sur plusieurs jours. La prise, de plus, est thermo-activée : les vitesses de dégagement de chaleur sont accélérées aux points les plus chauds, ralenties aux points les plus froids.

Conséquences structurelles

Après la prise, le dégagement de chaleur ralentit et le béton refroidit, la durée de refroidissement (c'est le temps caractéristique de conduction) étant proportionnelle au carré de l'épaisseur de la pièce considérée. La contraction du matériau due à ce refroidissement est appelée retrait thermique.

Lorsque cette chaleur n'est pas rapidement évacuée, comme c'est surtout le cas dans les structures massives ou isolées thermiquement, la prise se fait à certains endroits, notamment au coeur des pièces, à une température plus élevée et donc plus vite qu'en peau, où la déperdition de chaleur vers le milieu ambiant prend le pas sur sa création.

Les écarts de température entre le coeur et la peau, ainsi que le retrait thermique s'il est gêné par des structures adjacentes (reprise de bétonnage, encastrement sur un massif de fondation...) ou par une autre partie de l'élément lui-même, plus massive (le cas des voussoirs du Pont de Normandie en est une bonne illustration [GUÉNOT 1993]), sont susceptibles d'entraîner, lors du refroidissement, l'apparition de contraintes de traction résiduelles, et éventuellement une fissuration ouverte, voire traversante, car la rigidité du matériau (son module d'Young) a augmenté.

²⁷ soit parce que tout le ciment anhydre a été hydraté, soit parce que toute l'eau disponible a été consommée, soit parce que la coque d'hydrates empêche la pénétration de l'eau vers les grains anhydres.

**ENCART 2. LES MÉTHODES EXPÉRIMENTALES CALORIMÉTRIQUES
DE DÉTERMINATION DE L'ÉVOLUTION DE LA PRODUCTION DE CHALEUR Q(t)
PENDANT L'HYDRATATION**

Plusieurs méthodes existent, qui ont été comparées notamment dans [LIVESEY et al. 1991] [WAINWRIGHT et al. 1992]. Les plus courantes sont :

- Mesure des chaleurs de solution d'échantillons de ciment hydraté et anhydre respectivement dans de l'acide : la chaleur d'hydratation est déduite par soustraction de celle de l'échantillon anhydre. Cette méthode est délicate et peu fiable.
- Mesure du flux de chaleur sur un échantillon de pâte s'hydratant à température constante (calorimétrie isotherme) : la chaleur totale dégagée est calculée par intégration temporelle de ce flux. Cet essai est parfois coûteux et le flux de chaleur est souvent trop faible (surtout à 20°C) pour la précision des équipements de mesure.
- Calorimétrie adiabatique : elle repose sur le fait que, en conditions parfaitement adiabatiques (tout échange de chaleur est empêché vers le milieu extérieur, dont la température est maintenue, par asservissement, égale à la température au coeur de l'éprouvette), la quantité de chaleur dégagée est déductible de l'élévation de température par simple multiplication par la capacité thermique du béton (en supposant celle-ci constante). L'essai adiabatique présentant des difficultés de mise en oeuvre, notamment sur chantier, on a développé des essais semi-adiabatiques (principe de la norme NF P 15-436) dont fait partie l'essai Quasi-Adiabatique QAB élaboré au LCPC : on suit au long de l'hydratation la température d'une éprouvette placée, dès sa fabrication, dans une boîte calorifugée, dont on connaît le coefficient de déperditions thermiques ; il est dès lors possible de revenir à une courbe adiabatique théorique en corrigeant la courbe des températures mesurées par les pertes du calorimètre, et en traduisant la thermo-activation à l'aide de la loi d'Arrhenius.

Notion de maturité

Du fait de l'exothermie et de la thermo-activation de la réaction d'hydratation du ciment, le temps n'est ainsi pas le seul paramètre dont dépend le phénomène et l'avancement de la réaction d'hydratation, et ce particulièrement au jeune âge ; il faut tenir compte de l'historique de température, qui est, en particulier pour une pièce massive, différente en tout point de cette pièce.

Toute propriété P du matériau qui résulte de l'hydratation du ciment (résistance en compression, module d'Young) peut donc être assimilée à une fonction continue, monotone croissante de la maturité du matériau, cette maturité étant définie comme étant l'âge théorique (on peut aussi parler de temps équivalent) au bout duquel P aurait atteint, sous une température de référence T* constante (souvent prise égale à 293 K), la même valeur que dans les conditions réelles de température auxquelles le matériau a été soumis.

Comme c'est le cas pour un grand nombre de réactions chimiques, la cinétique d'hydratation répond assez bien à la loi d'Arrhenius [REGOURD et al. 1980]. Dans ce cadre, la maturité s'écrit de la façon suivante :

$$\mu(t) = \int_{t_0}^t \exp \left[\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T^*} - \frac{1}{T(s)} \right) \right] ds \dots\dots\dots (I.4)$$

où E_a est l'énergie (globale) d'activation de la réaction d'hydratation

R est la constante universelle des gaz parfaits ($8,3144 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)

$$\frac{E_a}{R} \in [3000 \text{ K} ; 6000 \text{ K}]$$

T(s) est la température absolue du matériau à l'instant s (en K).

La valeur t_0 du temps initial est prise à la fin du malaxage.

Dans le cas d'un mûrissement isotherme (i.e. à température T(s) constante égale à T*), la maturité $\mu(t)$ est égale à l'âge réel t du matériau.

Nous verrons, au chapitre IV, qu'il y a une relation biunivoque entre le degré d'hydratation et cette maturité, qu'il est possible de dériver de la thermodynamique des milieux poreux réactifs.

I.1.2.3 LE RETRAIT ENDOGÈNE

Origines physicochimiques et mécanismes

Durant l'hydratation, l'eau de gâchage est progressivement consommée pour former des hydrates. Or, cette hydratation présente un bilan volumique négatif : le volume molaire des hydrates est inférieur, de l'ordre de 8 à 12 % [BUIL 1979], à la somme des volumes molaires des constituants (eau et ciment anhydre) consommés. Les produits d'hydratation occupent un volume plus faible que les réactifs. Ce retrait d'origine chimique expliqué par la contraction Le Châtelier est d'abord libre (il continue tant que les ponts formés entre les hydrates ne constituent pas un squelette suffisamment solide pour s'opposer au rapprochement relatif des grains hydratés, i.e. tant que la prise n'a pas eu lieu), puis il se trouve gêné par le squelette, de plus en plus rigide : le liquide ne pouvant plus occuper tout le volume qui lui est offert, il y a alors cavitation²⁸ dans la phase liquide - l'eau, progressivement mise en extension, se vaporise - et apparition d'un réseau gazeux rapidement connecté dans les pores. La coexistence des deux phases entraîne la formation de ménisques aux interfaces liquide / gaz, et donc l'apparition de tensions capillaires.

Plus la vaporisation progresse et plus la pression partielle de vapeur d'eau, et donc l'humidité relative interne, diminue. Il y a alors autodessiccation, i.e. une dessiccation interne, en l'absence de supplémentation par de l'eau venant de l'extérieur.

Les tensions qui existent dans la phase liquide capillaire (tensions résultant de l'équilibre hydrostatique de l'eau liquide retenue dans les pores respectant les lois de la tension superficielle) doivent être équilibrées mécaniquement par une contraction de la matrice minérale. Ceci se traduit à l'échelle de l'éprouvette par un raccourcissement isotrope, qui constitue le retrait d'autodessiccation (ou retrait d'hydratation ou retrait endogène²⁹), qui a le même effet qu'un départ d'eau vers l'extérieur. Deux autres mécanismes ont été proposés dans la littérature pour ce retrait : ce sont le mécanisme

²⁸ apparition de bulles de gaz (on parle de cavitation tant que la phase gazeuse n'est pas connectée).

²⁹ Plus précisément, le retrait endogène est la déformation libre que subit le matériau en cours de durcissement en conditions isothermes et en l'absence d'échange d'humidité avec le milieu environnant.

par variation de tension superficielle (concernant l'eau adsorbée sur les surfaces des pores capillaires) [WITTMANN 1968] et celui par pression de disjonction (concernant l'eau des pores des hydrates) [POWERS 1968]. Il a cependant été montré, à partir de simulations numériques en éléments finis³⁰, que le mécanisme de tension capillaire³¹ l'emporte sur les autres [HUA 1992].

Humidité relative interne

Engendré par l'avancement de la réaction d'hydratation, le retrait endogène en suit donc l'évolution : il effectue environ 90 % de sa valeur finale potentielle dans le premier mois. Il est par ailleurs d'autant plus marqué que les pores capillaires sont fins : il est donc d'autant plus élevé que le matériau est mature (à composition donnée) ou qu'il est à hautes performances (comparé à un matériau à fort E/C)³². Dans ce dernier cas, pour lequel le rapport E/C est faible et la présence éventuelle d'ultrafines engendre un matériau de porosité plus fine, l'humidité relative interne chute beaucoup plus rapidement (cf. figure I.8) ; la cinétique du retrait endogène est donc plus rapide et son amplitude finale est plus forte (les pores, plus fins, sont vidés plus rapidement de leur eau et les tensions capillaires engendrées sont plus importantes) [DE LARRARD 1988] [LE ROY 1995] [BAROGHEL-BOUNY 1994].

L'hydratation des grains de ciment est très faible, voire s'arrête, dès que l'humidité relative interne, qui baisse avec l'autodessiccation, devient inférieure à une certaine valeur limite³³, généralement prise égale à 75 %. Une autodessiccation a pu cependant être constatée jusqu'aux alentours de 70 % pour des matériaux contenant de la fumée de silice, autodessiccation mettant vraisemblablement en jeu non plus l'eau des pores capillaires, mais l'eau adsorbée des pores des hydrates³⁴ (auxquels correspond le rayon poreux moyen d'environ 50 Å obtenu pour une humidité relative interne de 76 %) [BAROGHEL-BOUNY 1994].

Avec le retrait thermique et le retrait endogène, nous avons abordé deux aspects du comportement différé endogène du matériau (ne sont pas étudiés, dans ce travail, les phénomènes de transport massique de chaleur ou de fluide, induits par le contrôle de variables externes, en particulier les phénomènes de dessiccation ; température et hygrométrie ambiantes ne sont ici que des paramètres). Ces deux types de variations dimensionnelles apparaissent même en l'absence de tout chargement extérieur, sur des échelles de temps cependant différentes.

³⁰ fondées à la fois sur des techniques d'homogénéisation et des résultats expérimentaux de porosimétrie au mercure et de mesure d'humidité relative interne.

³¹ On parle aussi de variation de dépression capillaire, cette dernière étant égale à la différence entre la pression dans le liquide et la pression dans le gaz de part et d'autre du ménisque.

³² On retiendra les ordres de grandeur suivants : 50 à 100.10⁻⁶ pour les bétons ordinaires ; 150 à 300.10⁻⁶ pour les bétons à hautes et très hautes performances ; pour les pâtes de ciment, les valeurs sont typiquement dix fois plus grandes respectivement.

³³ C'est essentiellement la présence du C₂S qui contribuerait à limiter l'autodessiccation, son hydratation étant fortement gênée pour une humidité relative interne inférieure à cette limite [MEJLHEDE JENSEN 1995].

³⁴ Dans ce cas, le mécanisme de variation de la dépression capillaire ne sera vraisemblablement plus prédominant.

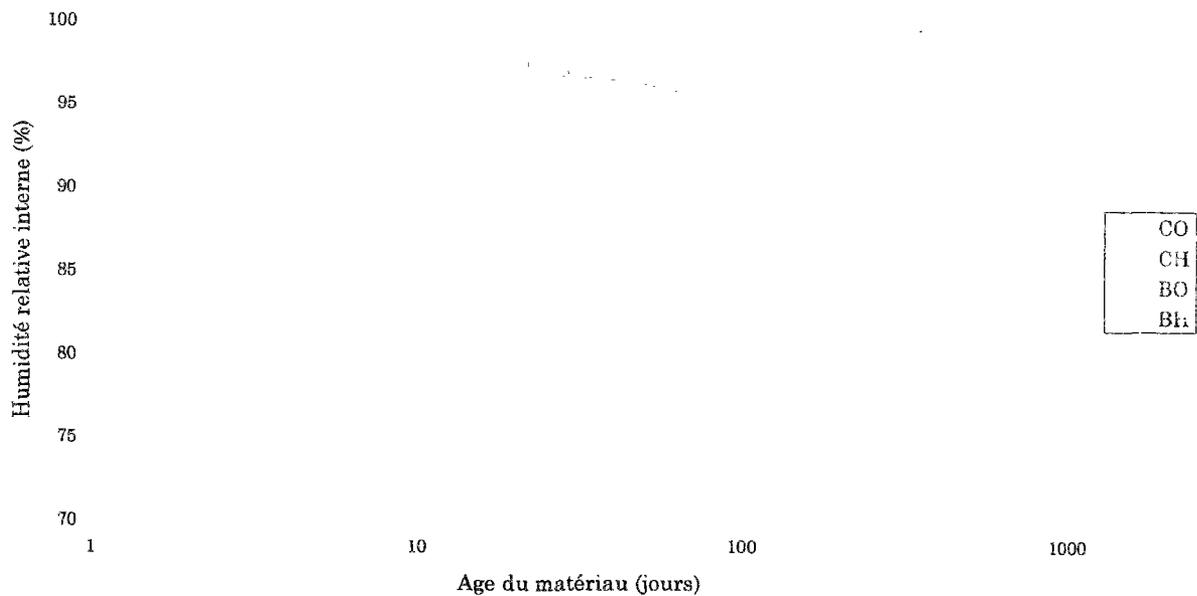


Figure I.8. Cinétique d'autodessiccation (tiré de [BAROGHEL-BOUNY 1994])
 (BO et CO : béton et pâte de ciment ordinaires ;
 BH et CH : béton et pâte de ciment à hautes performances)

I.2 COMPORTEMENT DU MATERIAU SOUS CHARGE DE LONGUE DUREE

L'application à un instant τ_c sur le matériau d'un échelon de contrainte en compression engendre un comportement différé modifié, dû au phénomène de fluage.

Nous n'évoquerons pas ici les déformations du matériau sous charge dont la dessiccation n'est pas empêchée. Seul le fluage propre retiendra notre attention.

I.2.1 DÉFINITIONS

Nous commencerons par fixer les définitions, en nous appuyant sur la figure I.9 (la contrainte de compression est prise positive ; la déformation est prise positive dans le cas d'un raccourcissement).

Déformation mécanique $\varepsilon^{\text{mécanique}}(t, \tau_c)$ - c'est la déformation à l'instant t , obtenue en soustrayant à la déformation totale $\varepsilon(t, \tau_c)$, mesurée sur une éprouvette soumise à l'instant τ_c à une contrainte σ , la déformation, écoulée entre τ_c et le même instant t , mesurée sur une éprouvette témoin, issue de la même gâchée et conservée dans les mêmes conditions, mais non soumise au chargement. On a donc :

$$\varepsilon^{\text{mécanique}}(t, \tau_c) = \varepsilon(t, \tau_c) - \varepsilon^{\circ}(t) \dots \dots \dots (I.5)$$

où $\varepsilon^{\circ}(t)$ représente la déformation indépendante du chargement (elle englobe retrait thermique et retrait endogène).

Fluage - Lorsqu'une pâte de ciment est soumise à une charge extérieure constante, elle exhibe une déformation instantanée, au moment du chargement, puis une déformation différée, qui commence immédiatement après chargement et se poursuit dans le temps à un taux décroissant tant et aussi longtemps que la charge est appliquée. Le fluage propre (« basic creep » en anglais) se manifeste en l'absence d'échange hygrométrique avec le milieu ambiant, à partir d'un état hydrique interne supposé uniforme dans l'éprouvette.

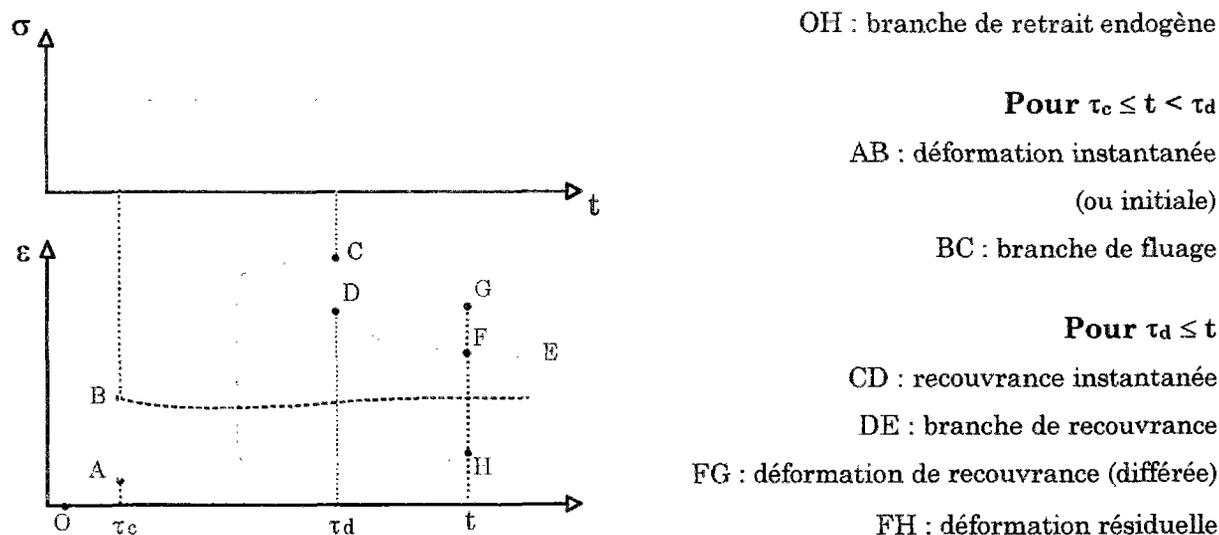


Figure I.9. Décomposition des déformations sous charge et après décharge

Recouvrance - Lorsque, après une période de maintien d'une pâte sous charge, on procède à un déchargement, on obtient une déformation qui est dite de recouvrance (ou retour de fluage). Cette réponse se décompose en une déformation instantanée (recouvrance instantanée) et une déformation différée que l'on appelle recouvrance différée.

Déformation instantanée - Au chargement comme au déchargement, elle est directement liée à l'intensité de la charge appliquée (ou supprimée dans le cas de la recouvrance instantanée), par le biais du module d'Young du matériau (aux maturités correspondantes).

On a coutume (en particulier dans les règlements) de soustraire à la déformation mécanique la déformation instantanée (ou initiale) $\varepsilon^i(\tau_c)$. On obtient la déformation

$\varepsilon^m(t, \tau_c)$ représentée sur la figure 1.9 que l'on appellera déformation de fluage. Dans ce cas, on a :

$$\varepsilon^{\text{mécanique}}(t, \tau_c) = \varepsilon^i(\tau_c) + \varepsilon^{\text{fl}}(t, \tau_c) = \frac{\sigma}{E(\tau_c)} + \varepsilon^{\text{fl}}(t, \tau_c) \dots\dots\dots (I.6)$$

La déformation typique de fluage à long terme (soit en gros après un an sous charge) est environ 1 à 4 fois supérieure à la déformation instantanée, pour des cas de chargement dans le domaine linéaire de durée supérieure à un mois ; la proportion est déjà sensible sous chargement de courte durée (cf. figure 1.10). En pratique, et parce que ce phénomène se poursuit sur des durées très longues, il est difficile de mettre en évidence une asymptote à la déformation de fluage.

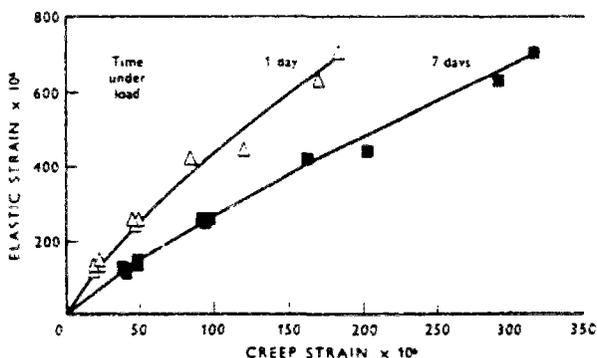


Figure I.10. Relation entre les déformations élastiques et les déformations de fluage après 1 et 7 jours sous charge ; chargement à 105 jours
 E/C de 0,23 à 0,71 ; $\sigma = 4,32$ MPa
 tiré de [PARROTT 1973]

Nous préférons raisonner en termes de déformation visqueuse, représentée par $\varepsilon^v(t, \tau_c)$ sur la figure 1.9 : on soustrait ici à la déformation mécanique la déformation élastique, ce qui permet de prendre en compte l'évolution du module d'Young du matériau, pendant que celui-ci est chargé. On a alors :

$$\varepsilon^{\text{mécanique}}(t, \tau_c) = \varepsilon^{\text{él}}(t) + \varepsilon^v(t, \tau_c) = \frac{\sigma}{E(t)} + \varepsilon^v(t, \tau_c) \dots\dots\dots (I.7)$$

Cette définition, beaucoup plus physique (proche de la rhéologie), a l'avantage d'être conforme aux observations expérimentales en matière de déchargement, pour lequel la déformation instantanée est peu différente de la déformation élastique à l'instant du déchargement.

Il faut ici définir aussi la complaisance de fluage $J(t, \tau_c)$: c'est la déformation mécanique à l'instant t due à l'application à l'instant τ_c d'une contrainte unité. Sous charge constante, on a donc :

$$\varepsilon^{\text{mécanique}}(t, \tau_c) = \sigma J(t, \tau_c) \dots\dots\dots (I.8)$$

Cela suppose la linéarité de la déformation par rapport à la contrainte. Ici, il n'y a pas lieu de distinguer la déformation instantanée de la déformation de fluage.

I.2.2 CONSTATATIONS EXPÉRIMENTALES

Voici quelques-unes des propriétés qui ont pu être observées expérimentalement aussi bien sur des pâtes de ciment que sur des mortier et des bétons, et qui semblent admises par la communauté scientifique. Cette phénoménologie s'articule autour de plusieurs aspects : la nature du chargement ; le vieillissement du fluage ; le rôle de la teneur en eau du matériau sollicité ; la recouvrance ; le rôle de la température (que nous n'évoquerons que succinctement).

I.2.2.1 LE CHARGEMENT

Linéarité de la déformation de fluage par rapport à la contrainte appliquée -

Elle est constatée expérimentalement lorsque le chargement de fluage est modéré, correspondant à un certain pourcentage de la charge de rupture du matériau à la maturité de chargement considérée. Ce rapport σ/f_c limite varie beaucoup selon les conditions expérimentales, de 30 à 70 % selon les auteurs. Au-delà, le comportement sous charge change (le matériau est le siège d'un endommagement ou d'un adoucissement) : la vitesse de déformation peut se mettre à croître³⁵ (tout simplement parce que la fissuration est quasi-instantanée par rapport au fluage) et le matériau peut éventuellement être amené à rupture, ceci d'autant plus que celui-ci est durci. Dans le domaine linéaire, on sera amené à parler de déformation (de fluage ou visqueuse) spécifique, désignant par là la dite déformation rapportée à la contrainte ; l'utilisation de la notion de complaisance de fluage évoquée plus haut prend alors tout son sens.

Type de chargement - Nous n'évoquerons ici que le cas de la compression uniaxiale ; mais le lecteur pourra se reporter aux références suivantes, peu nombreuses du fait notamment des difficultés expérimentales, pour approfondir les autres cas de sollicitations : fluage en traction [DOMONE 1974] [BROOKS et al. 1977] [BISSONNETTE et al. 1995], torsion [ISHAI 1964] [RUETZ 1965] ou flexion, cas multiaxiaux [JORDAAN et al. 1969] [KEETON et al. 1971] [NEVILLE et al. 1983].

Pour un chargement en compression uniaxiale, la déformation longitudinale de fluage s'accompagne d'une déformation transversale de signe inverse (cf. figure I.11), qui se stabilise plus rapidement.

³⁵ On parle de fluages secondaire et tertiaire.

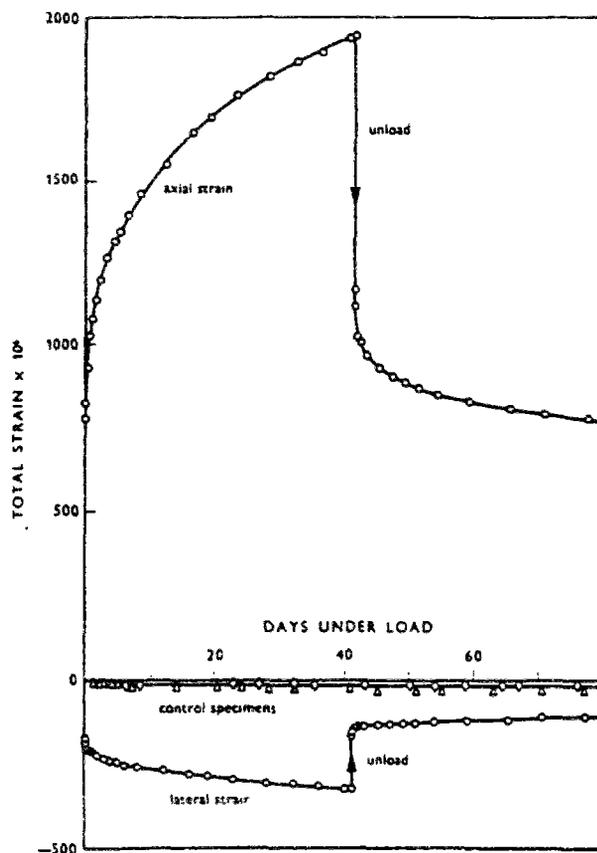


Figure I.11. Déformations axiale et transversale typiques d'une pâte de ciment chargée à 28 jours ; $E/C = 0,47$; $\sigma = 8,9$ MPa ($\sigma/f_c < 30\%$) (tiré de [PARROTT 1974])

Il est ainsi possible d'envisager, comme en élasticité, un rapport de Poisson de fluage ν_{fl} défini comme suit :

$$\nu_{fl} = - \frac{d\varepsilon_{transversal}^{fl}}{d\varepsilon_{longitudinal}^{fl}} \dots\dots\dots (I.9)$$

A même durée de chargement, il est d'autant plus fort que l'âge de chargement est faible [GHOSH 1974]. La valeur qu'atteint le coefficient de Poisson de fluage à long terme varie selon les matériaux - Parrott propose $\nu_{fl} = 0,13$ pour une pâte de ciment indépendamment de sa porosité, de la contrainte appliquée, de l'âge de chargement [PARROTT 1974] (cf. figure I.12) et ν_{fl} de l'ordre de 0,15 pour différents bétons ; Sousa Coutinho donne une valeur de 0,19 à ν_{fl} pour un béton chargé à 28 jours après 5 ans de fluage [SOUSA COUTINHO 1977] - Elle est de toute façon différente de 0,5 : le fluage ne peut avoir lieu à volume constant. Faute de résultats expérimentaux plus précis, on considère souvent un coefficient de Poisson de fluage, constant, égal au coefficient de Poisson élastique³⁶ (environ 0,2).

³⁶ du moins si les deux coefficients sont déterminés par la même méthode de mesure, en l'occurrence de façon statique [ANSON et al. 1966].

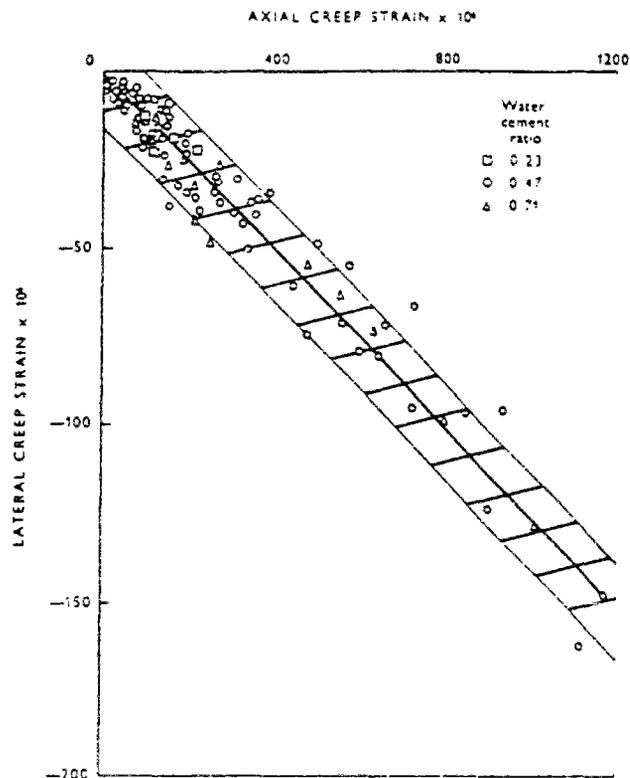


Figure I.12. Relation entre les déformations axiale et transversale de pâtes de ciment (mise en évidence du coefficient de Poisson de fluage)
 âge de chargement de 10 à 500 jours ;
 porosités de 0,26 à 0,56 ; σ de 2,16 à 8,9 MPa (tiré de [PARROTT 1974])

1.2.2.2 LA RECOUVRANCE

En cas de déchargement, la recouvrance de fluage du béton n'est que partielle (le fluage n'est donc qu'en partie réversible), laissant apparaître une déformation résiduelle. Elle est moindre dans le cas d'une pâte de ciment que pour un béton ; elle dépend essentiellement de la durée du créneau de contrainte qui a précédé le déchargement (ce n'est pas une donnée caractéristique du matériau).

Elle se distingue du fluage qui l'a précédée en ce sens qu'elle présente une pente initiale beaucoup plus raide et qu'elle est pratiquement totalement effectuée dans un court laps de temps (de quelques jours à quelques semaines) après le déchargement (cf. figure I.13). La similitude constatée entre le développement de la recouvrance, très tôt après le déchargement, et le développement du fluage, très tôt après le chargement [ILLSTON 1965] [DAY 1979], est à l'origine de la décomposition, souvent utilisée, entre un fluage de court terme (certains parlent de « short-time creep transition » [SELLEVOLD et al. 1972]), recouvrable, et un fluage de long terme (« flow » en anglais), dès lors non recouvrable.

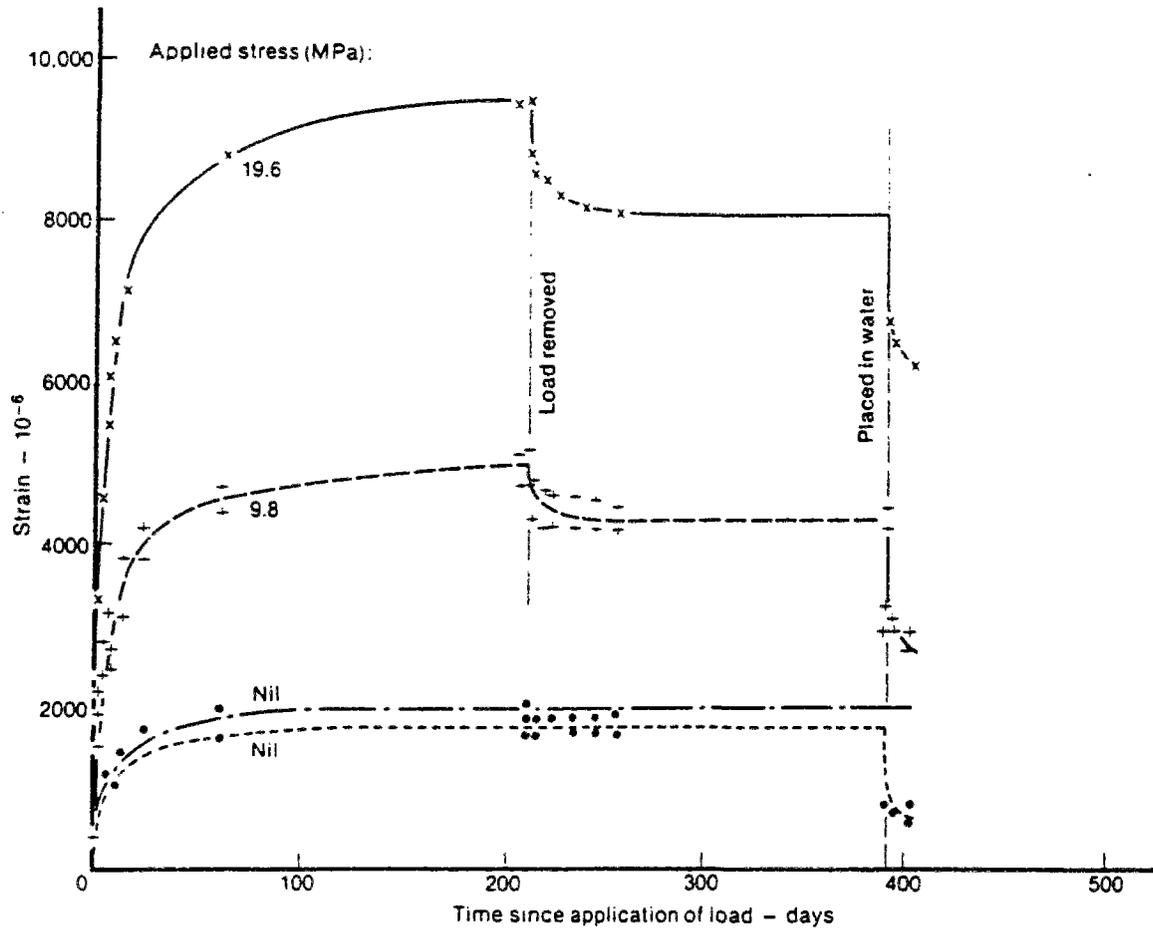


Figure I.13. Fluage et recouvrance de fluage d'une pâte de ciment pure chargée à 1 jour et déchargée à 210 jours (tiré de [NEVILLE et al. 1983])

On remarquera aussi, sur la figure I.13, la linéarité de la recouvrance par rapport à la contrainte supprimée. Très souvent, on trouve ainsi, dans la littérature, la notion de recouvrance spécifique.

I.2.2.3 LE VIEILLISSEMENT

Deux types de vieillissements sont à distinguer :

1. Plus une éprouvette est soumise tardivement à un chargement, moins sa déformation différée de fluage propre est importante (longitudinale et transversale) ; il en va de même de la déformation instantanée, donc au total de la complaisance : cela met en évidence le caractère vieillissant en amplitude du matériau (cf. figure I.14).
2. A maturité au chargement fixée, les courbes de fluage propre montrent une évolution très rapide au jeune âge et très ralentie à très long terme. Ceci constitue un vieillissement en cinétique.

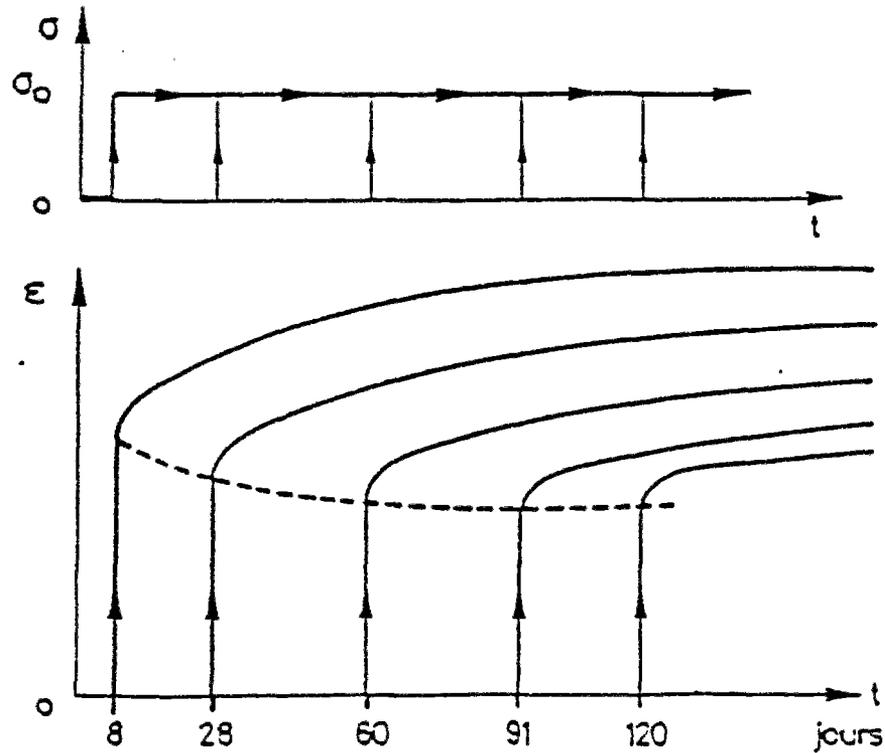


Figure I.14. Mise en évidence des vieillissements, en amplitude et en cinétique, du fluage

Le fluage propre d'une pâte hydratante est, ainsi, pour une même durée de chargement, plus fort (action en amplitude) et plus rapide (action en cinétique) que celui d'une pâte mature, il est également plus fort et plus rapide que celui d'une pâte dont on a arrêté l'hydratation, par exemple en la congelant (cf. figure I.15) [GHOSH 1974] [TIMUSK et al. 1971]. Les changements induits par l'hydratation à l'intérieur de la pâte de ciment, lorsque celle-ci est sous charge, participent ainsi au vieillissement du fluage.

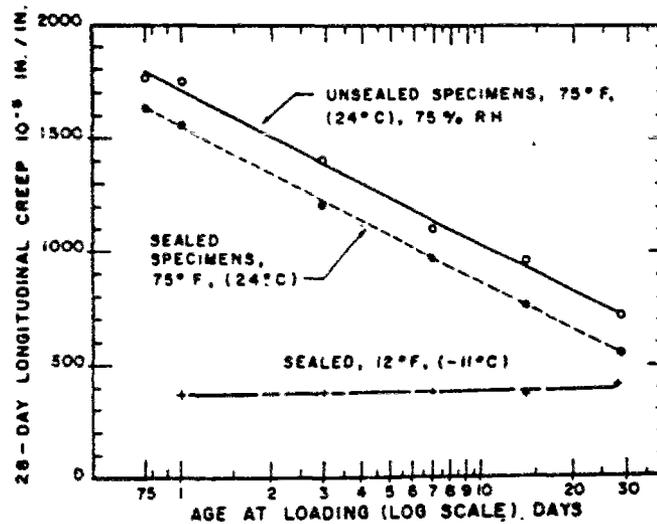


Figure I.15. Fluage après 28 jours sous charge ; rapport σ/f_c maintenu constant à 15 %
Chargement et hydratation concomitants pour les deux courbes supérieures ;
hydratation stoppée avant le chargement par trempe à -11°C pour la courbe inférieure
tiré de [TIMUSK et al. 1971]

Cependant, même lorsque les propriétés mécaniques du matériau sont stabilisées (la réponse instantanée en particulier est stabilisée depuis longtemps), il existe une évolution du fluage propre. Parrott a, en particulier, constaté une diminution d'un facteur 2 du fluage propre, à la fois en cinétique et en amplitude, entre les âges de chargement 28 et 500 jours pour deux durées sous charge, le degré d'hydratation ne variant dans cette période que de 10 % [PARROTT 1973] (cf. figure I.16). Le vieillissement du fluage ne peut ainsi être que partiellement expliqué par le durcissement du matériau.

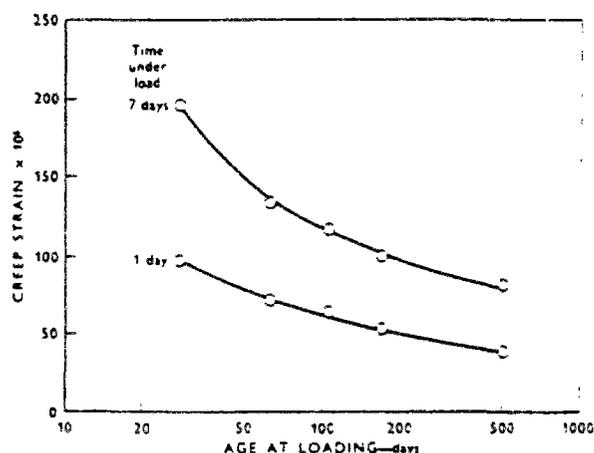


Figure I.16. Effet de l'âge sur le fluage de pâtes de ciment après 1 et 7 jours sous charge pour une déformation élastique de $300 \cdot 10^{-6}$
Valeurs moyennes E/C de 0,253 à 0,71 ; σ de 2,16 à 8,9 MPa
tiré de [PARROTT 1973]

I.2.2.4 LA TENEUR EN EAU

Le fluage propre d'un matériau à teneur en eau intermédiaire (qui a donc subi un pré-séchage) uniforme dans la totalité de l'éprouvette est quasiment proportionnel, en amplitude et en cinétique, à cette humidité interne :

1. [ABIAR 1986] essais réalisés sur bétons matures ayant subi une cure à 35°C pendant 42 jours ; éprouvettes de section en Y permettant un séchage a priori uniforme et accéléré jusqu'à différentes humidités relatives internes arrêtées par l'application d'une membrane étanche après séchage (cf. figure I.17) ;
2. [PIHLAJAVAARA 1974] essais sur éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm de béton avec différentes conditions de conservation et niveaux d'humidité ;
3. [BAZANT et al. 1961] [BAZANT et al. 1973] essais sur pâtes de ciment à E/C = 0,45 ; éprouvettes cylindriques creuses hauteur 92 mm ; diamètre extérieur 15 mm ; épaisseur de la paroi 0,7 mm permettant un séchage accéléré et une diminution du risque de fissuration dû à de trop forts gradients de teneur en eau ;
4. [RUETZ 1965] essais sur éprouvettes cylindriques hauteur 60 mm ; diamètre 17,8 mm de pâtes de ciment ;

5. [BIOLZI et al. 1987] essais sur éprouvettes cylindriques creuses hauteur 70 mm ; diamètre extérieur 14 mm ; épaisseur de la paroi 2 mm.

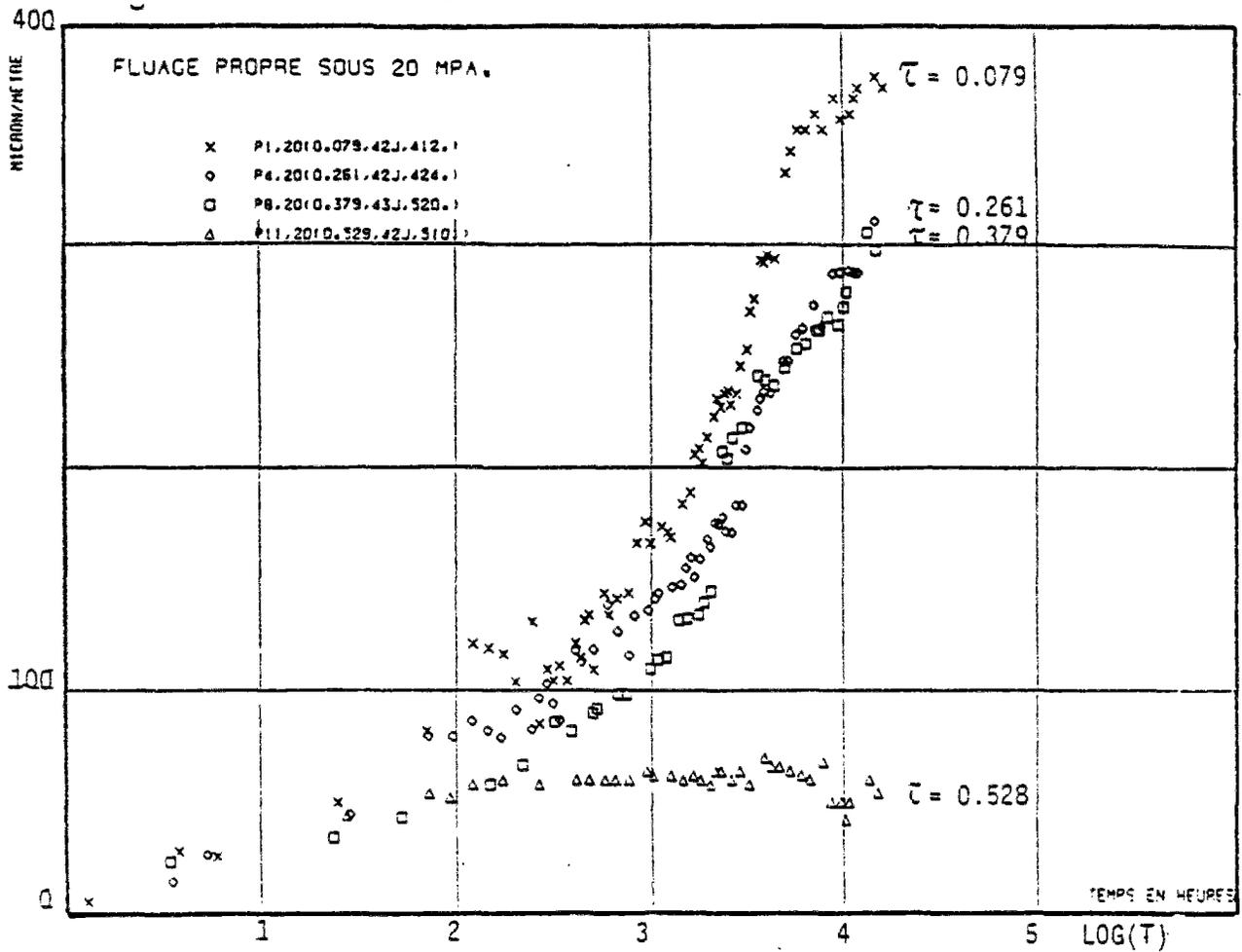


Figure I.17. Fluage propre à différents taux τ de séchage sous 20 MPa tiré de [ABIAR 1986]

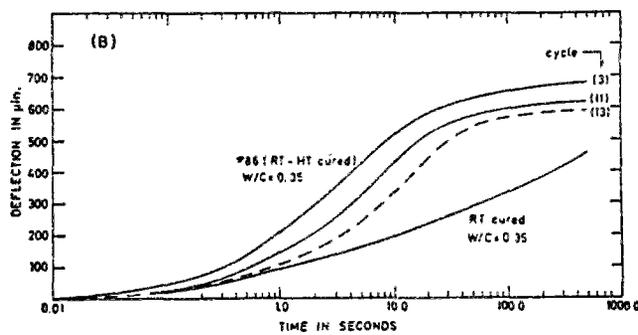


Figure I.18. Courbes de recouvrance à court terme à différentes teneurs en eau tiré de [SELLEVOLD et al. 1972]

Au vu de la figure I.18, cela semble également vrai en recouvrance, au moins à court terme [SELLEVOLD et al. 1972].

La valeur maximale du fluage propre d'un béton donné est donc obtenue lorsqu'il est saturé en eau (pores des hydrates et pores capillaires) ; un béton sec présenterait par ailleurs un fluage propre négligeable [BROWN et al. 1976] [ACKER 1988] (on appelle sec un matériau dont on a enlevé toute l'eau évaporable et qui se trouve dès lors dans un état d'humidité relative interne, qui correspond, comme évoqué plus haut, à la transition entre les pores capillaires et les pores des hydrates [BAROGHEL-BOUNY 1994]). L'eau des pores capillaires semble ainsi jouer un rôle important dans le comportement sous charge, ainsi que dans la recouvrance.

I.2.2.5 LA TEMPÉRATURE³⁷

Plus la température de conservation, constante, est élevée, plus le fluage est accéléré et amplifié ; mais, par ailleurs, la réaction d'hydratation (qui est, rappelons-le, thermo-activée) est aussi accélérée, ce qui tend à augmenter le degré d'hydratation et ainsi à diminuer le fluage. L'importance relative de ces deux effets n'est pas encore bien connue, en particulier au jeune âge, pour des matériaux hydratants.

Si tant est que le fluage est un phénomène thermo-activé, obéissant à une loi de type Arrhenius, encore faudrait-il en déterminer l'énergie d'activation (on a déjà beaucoup de mal à déterminer celle de la réaction d'hydratation) ! Bazant propose cependant $\frac{E_a}{R} \approx 5000$ K pour l'hydratation et $\frac{E_v}{R} \approx 2700$ K pour le fluage [BAZANT 1995].

I.2.3 ORIGINES PHYSIQUES ET MÉCANISMES

De nombreux chercheurs ont proposé différentes théories élémentaires ou combinées (plus ou moins compatibles avec les résultats expérimentaux) à propos des mécanismes fondamentaux qui gouverneraient le comportement de fluage, propre en particulier. Aujourd'hui, aucune théorie globale ne peut cependant expliquer dans quelle mesure ces différents mécanismes opèrent de façon simultanée ou séquentielle et quelle est leur importance relative. Rapportée à l'intensité de la recherche, la (très) faible fréquence d'articles originaux concernant ces processus dans les dix dernières années est un indice révélateur de l'absence de réel progrès en la matière.

Synthétiser les diverses théories proposées est un exercice auquel se sont confrontés de nombreux auteurs (on se reportera en particulier à [NEVILLE et al. 1983]³⁸ [WITTMANN 1982] [SLATE et al. 1968]). C'est de leur (excellent) travail bibliographique et analytique que ce qui va suivre s'inspire largement.

³⁷ On se limite ici à une gamme de température classique, typiquement inférieure à 100°C ; au delà apparaissent notamment des modifications des espèces chimiques au sein du matériau. Par ailleurs, nous n'évoquons ici que l'effet du paramètre température, l'analyse des effets dus à une température variable sortant du cadre de la présente étude.

³⁸ Les gourmands se délecteront en particulier à la lecture du chapitre 10 et de ses références.

Le béton est, rappelons-le, un matériau hétérogène évolutif constitué d'inclusions granulaires plongées dans une matrice de pâte de ciment, matrice qui peut être considérée comme un assemblage évolutif de lamelles de CSH diversement positionnées, elles-mêmes structurées en feuilletés élémentaires, assemblage déterminant divers espaces poreux au sein desquels l'eau (sous toutes ses formes) semble jouer un rôle prépondérant.

La plupart des théories concernant le fluage propre sont ici présentées, examinées à la lumière de la réalité de ce matériau (plus précisément les évolutions de chacune de ses composantes et leurs interactions), et des constatations expérimentales mentionnées plus haut, avec lesquelles les mécanismes proposés se doivent d'être cohérents.

La déformation de fluage propre peut mettre en jeu des mécanismes liés intrinsèquement à la pâte de ciment (dont les paramètres déterminants sont l'état d'hydratation, les quantités d'eau libre et d'eau liée, les possibilités de migration de l'eau à l'intérieur du squelette poreux d'hydrates ainsi que les possibilités de celui-ci de se dissoudre plus ou moins), que Wittmann qualifie de réels, et ceux qui sont relatifs à la nature composite du béton (mécanismes liés à l'existence de défauts de continuité et de leur propagation ou coalescence dans le matériau composite béton, qui induisent des états de contrainte qui modifieront la réponse différée), que Wittmann qualifie d'apparents [WITTMANN 1982]. Nous préférons qualifier ces mécanismes respectivement de directs et d'indirects.

1.2.3.1 MÉCANISMES DIRECTS (À L'ÉCHELLE DE LA MICROSTRUCTURE DE LA MATRICE)

Ils prennent leur origine dans la pâte de ciment et il est admis dans la littérature que ce sont eux qui sont à l'origine de la majeure composante du fluage du béton.

Parmi ces mécanismes dits réels, on distingue des mécanismes à court terme et des mécanismes à long terme (pour être cohérent avec la partition, évoquée en 1.2.2.2, entre un fluage à court terme et un fluage à long terme). La distinction entre ces deux types de mécanismes potentiels est corroborée par la « rate theory ». Cette méthode permet d'appréhender de façon théorique les mécanismes élémentaires au vu de l'énergie d'activation mise en jeu, ainsi que de son évolution : en cas de fluage, une transition rapide existe entre des énergies faibles de 25 kJ/mol, dans un délai assez court après le chargement, et des énergies élevées de 115 kJ/mol [DAY et al. 1983].

Les faibles énergies apparaissant en début de fluage pourraient typiquement correspondre à des mouvements de diffusion d'eau, ces derniers laissant rapidement la place à un mécanisme du type mouvement (ou déformation), en tout cas réarrangement de particules solides, induit par les forces locales auxquelles sont soumises ces particules [KLUG et al. 1969] [DAY 1979]. De fait, voici les processus les plus couramment retenus :

à court terme

Un mécanisme de type diffusif aboutissant à une redistribution d'eau induite par la contrainte semble être un mécanisme, hautement probable, cohérent avec le caractère différé du fluage à court terme, ainsi qu'avec l'effet de la température [ILLSTON 1965].

En étudiant la recouvrance, certains auteurs ont pu mettre en évidence une énergie d'activation de 15,9 kJ/mol [SELLEVOLD et al. 1972]. Celle-ci étant très proche de celle³⁹ correspondant à un phénomène de migration d'eau libre (eau physisorbée et eau capillaire), ils suggèrent que le mécanisme diffusif sous-jacent la concerne ; par ailleurs, cette énergie d'activation étant très proche de celle déterminée pour le fluage à court terme (les 25 kJ/mol évoqués plus haut), le même mécanisme agit vraisemblablement pour la recouvrance et le fluage à court terme, expliquant le caractère réversible que l'on accorde à ce dernier.

D'après Powers, le mécanisme diffusif dans les espaces capillaires est initié au niveau de zones dites d'adsorption empêchée [POWERS 1965] : les hydrates de la pâte de ciment sont imbriqués de telle façon que certains espaces interstitiels ne sont pas assez larges pour accueillir autant de couches d'eau adsorbée qu'il est nécessaire pour correspondre à l'humidité relative imposée. Sur une surface plane, l'eau est librement adsorbée jusqu'à une épaisseur de cinq molécules (environ 15 Å). Dans les zones où la distance entre deux particules de CSH adjacentes est inférieure à deux fois 15 Å (les surfaces adsorbantes sont alors assez proches pour que leur interaction mutuelle soit appréciable), l'adsorption libre ne peut plus avoir lieu ; on est en zone d'adsorption empêchée.

Dans ces zones, l'eau, fortement adsorbée, est sous une certaine pression, dite de disjonction, qui s'oppose aux forces d'attraction, qui existent entre les particules de CSH et qui maintiennent la structure du squelette ; cette eau est ainsi un élément structural à part entière du matériau et est capable de transmettre localement les contraintes (« load-bearing »).

L'équilibre d'un tel système signifie d'abord l'équilibre thermodynamique, i.e. l'égalité en tout endroit des potentiels chimiques entre les divers types d'eau, afin d'assurer notamment la coexistence de films d'eau adsorbée d'épaisseurs différentes ; par ailleurs, il doit y avoir également compensation de la pression de disjonction par l'élasticité du squelette solide au niveau des zones d'adsorption empêchée.

Si une charge extérieure est appliquée, un certain nombre de processus sont initiés, qui visent à atteindre un nouvel état d'équilibre, correspondant au système de forces modifié. La déformation élastique instantanée va en effet modifier les forces d'attraction entre les particules de CSH. Dès lors, l'équilibre entre ces forces et la pression de disjonction est progressivement rompu : l'eau en excès est expulsée (« seepage ») et doit migrer, par diffusion dans les couches d'eau adsorbée, vers des zones de moindre pression, à savoir les espaces capillaires ; ceci entraîne une contraction⁴⁰ progressive, que l'on assimile à du fluage. La variation relative de l'épaisseur des couches adsorbées est faible du fait de la forte porosité de la pâte de ciment et de la haute surface spécifique des hydrates ; du coup, la contrainte macroscopique n'engendre a priori qu'une variation négligeable de la taille des pores capillaires et de leur teneur en eau.

C'est cette microdiffusion de l'eau, à partir des zones d'adsorption empêchée, vers les couches librement adsorbées, et plus généralement vers l'eau capillaire, qui serait déterminante pour la cinétique du fluage à court terme. Du point de vue de son amplitude, on imagine aisément qu'elle sera d'autant plus forte que le matériau sera jeune et contiendra plus d'eau évaporable, susceptible d'être le siège d'une microdiffusion.

³⁹ de l'ordre de 14,6 kJ/mol [DIAS et al. 1987].

⁴⁰ contraction que certains expliquent par une diminution du volume des espaces interfoliaires des CSH due à une augmentation, sous l'action de la charge appliquée, de la densité de l'eau interfoliaire [HOPE et al. 1975].

Au déchargement, le processus inverse est initié, à savoir : à la déformation élastique doit correspondre une variation de la pression de disjonction, qui est ramenée, par diffusion d'eau à partir des zones d'adsorption libre, à la valeur nécessaire pour que l'équilibre soit rétabli. Ceci donne lieu à un gonflement, que l'on assimile à la recouvrance.

Voici une des explications formulées pour le vieillissement, à la fois en cinétique et en amplitude, du fluage à court terme [BAZANT et al. 1989a et b] : du fait de l'évolution de la réaction d'hydratation, la fraction volumique de gel d'hydrates se développe, par déposition graduelle de nouveaux produits d'hydratation non vieillissants⁴¹ sur les parois des pores capillaires (cf. figure I.19).

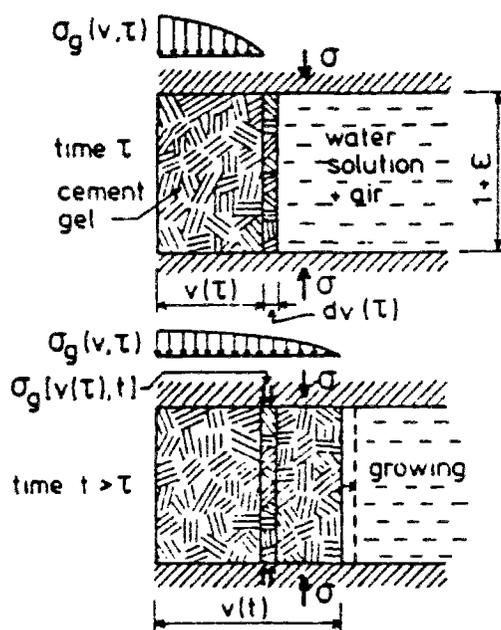


Figure I.19. Schéma de la solidification (déposition progressive de produits d'hydratation)

Seul le gel formé jusqu'au moment du chargement serait effectivement résistant à ce dernier. La fraction de gel formé sous charge se déposerait dans un état de contrainte nulle ; sa participation au fluage ne consisterait alors qu'à supporter les contraintes redistribuées, issues de la déformation du gel effectivement résistant. L'augmentation du volume d'hydrates a pour conséquence une augmentation de la rigidité du matériau et donc une diminution de sa complaisance, ce qui explique le vieillissement en amplitude ; par ailleurs, la viscosité du matériau étant aussi modifiée, l'augmentation du volume d'hydrates est le processus déterminant vis-à-vis du vieillissement en cinétique.

⁴¹ Le vieillissement macroscopique est engendré par les variations relatives des fractions volumiques des composants de la pâte qui sont intrinsèquement non-vieillissants.

Mais la justification du vieillissement du fluage par le vieillissement physicochimique (i.e. le durcissement) ne tient que tant que l'hydratation a lieu ; le vieillissement, continu et prononcé, de la cinétique du fluage, longtemps après arrêt de l'hydratation, ne peut être expliqué de la même façon.

On ne distingue pas fondamentalement l'eau des zones d'adsorption empêchée de l'eau des espaces interfoliaires des hydrates. C'est pourquoi certains auteurs envisagent qu'une expulsion d'eau soit aussi induite à partir des espaces interfoliaires des CSH, par contraction des entrées de ces espaces [FELDMAN et al. 1968] [FELDMAN 1972] ; le caractère différé proviendrait de la difficulté qu'ont les molécules d'eau, plus ou moins confinées dans ces espaces interfoliaires, à en sortir.

à long terme

De manière générale, il est proposé de lier la déformation de fluage à long terme à des réarrangements localisés, irréversibles et allant vers des configurations de plus basse énergie, de particules solides au sein de la microstructure de la pâte.

C'est essentiellement un mécanisme du type microcisaillement au niveau des particules d'hydrates qui est retenu : les feuillettes de CSH, lubrifiées par l'eau des espaces interfoliaires, et de façon générale, les surfaces des hydrates en zones d'adsorption empêchée, seraient susceptibles d'avoir un mouvement de glissement relatif [RUETZ 1965].

Ce mécanisme est cohérent avec l'influence de la température (la mobilité des particules est accrue par diminution, à température croissante, de la viscosité de l'eau).

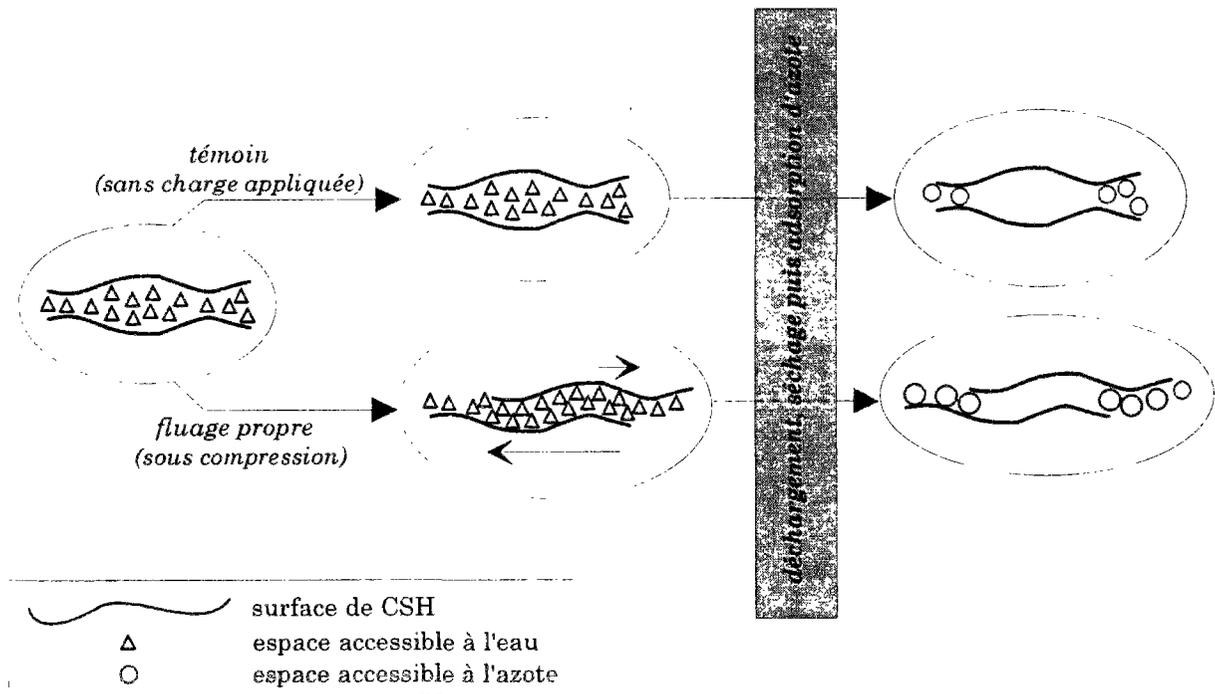


Figure I.20. Description schématique du mécanisme de microcisaillement des particules de CSH (adapté de [BENTUR et al. 1979])

Par ailleurs, des différences ont été constatées sur les mesures de la surface d'adsorption d'azote entre des pâtes de ciment matures⁴², chargées et non chargées [BENTUR et al. 1978] [BENTUR et al. 1979]. Du fait de leur trop grande taille, les molécules d'azote, contrairement à celles d'hélium ou de vapeur d'eau, n'ont pas accès aux plus petits pores, i.e. aux espaces interfoliaires. Le mécanisme de microcisaillement des CSH est compatible avec cette constatation expérimentale, au sens où de nouvelles surfaces de CSH sont disponibles pour l'adsorption d'azote, surfaces libérées par la déformation en cisaillement de l'eau interfoliaire, cette déformation ne libérant pas d'eau et étant irréversible (cf. figure I.20).

Pour rester cohérent avec la thermo-activation à long terme, évoquée plus haut, ce mouvement de glissement entre les surfaces des hydrates est associé à un mécanisme du type propagation de dislocations⁴³, au sens où les liaisons entre particules de CSH, instables et désordonnées, ont tendance localement à se rompre et se reformer après déplacement [WITTMANN 1982].

Les zones d'adsorption empêchée, et, de façon générale, les zones interfoliaires, seraient le lieu de ces ruptures [BAZANT et al. 1996] : en ces zones (qui se développent durant l'hydratation) où règne une pression de disjonction, les surfaces adjacentes doivent être liées soit par attraction mutuelle, soit par liaisons atomiques directes, afin d'équilibrer cette pression de disjonction. Si une de ces liaisons est soumise à une contrainte locale trop forte, elle est susceptible de se rompre et de se reformer facilement avec des atomes adjacents (les surfaces d'hydrates sont en effet très hydrophiles), dans une zone de moindre contrainte, entraînant ainsi le glissement du feuillet de CSH. La contrainte locale de cisaillement se relaxe alors, et étant ainsi redistribuée, ce sont d'autres sites qui seront éventuellement soumis à une contrainte locale plus élevée et seront le siège d'autres ruptures potentielles. Et ainsi de suite, sans qu'aucune variation ni de la résistance, ni de la rigidité du matériau, ne soit engendrée.

Le nombre de sites de fluage s'auto-épuise dans ce mécanisme en chaîne, ce qui offre une explication du vieillissement cinétique du fluage à long terme.

Au final, le fluage de long terme est attribué ici au glissement des feuillets de CSH, induit par la propagation de rupture et reformation de liaisons, localisées dans les nanopores.

A priori, la contrainte macroscopique, du fait de son ordre de grandeur bien inférieur à celui de la pression de disjonction, ne modifierait pas l'amplitude des forces de liaison au niveau des nanopores de façon significative [BAZANT et al. 1996]. De même, le processus de dislocation n'est pas initié par l'application de la contrainte macroscopique, mais résulte de l'instabilité intrinsèque aux hydrates.

Ceci semble corroboré par les résultats très récents de [SICARD et al. 1996], qui montrent que le retrait endogène et le comportement visqueux présentent une similitude d'évolution à long terme, ce qui tend à prouver qu'ils sont identifiables à des mécanismes de déformation semblables.

L'importance du rôle de l'eau contenue dans ces nanopores, à la fois comme siège de cisaillement et comme agent de liaison entre les surfaces des hydrates, semble être

⁴² Aucune variation de ce type n'a pu être notée sur des matériaux jeunes.

⁴³ similaire à ce que l'on peut trouver dans les métaux

confirmée par la mise en évidence du fluage, plus faible, voire négligeable, de matériaux saturés avec des huiles minérales, dont la taille des molécules empêche l'accès aux pores les plus fins, contrairement à celles de l'eau [MILLS 1968a] [NEVILLE et al. 1983].

Certains auteurs ont proposé que le vieillissement du fluage à long terme soit lié à la polymérisation spontanée, en particulier sous charge, des silicates SiO_4 des CSH [LENTZ 1966] [PARROTT 1973] : de nouvelles liaisons se formeraient, même après la fin de l'hydratation, donnant lieu à une charpente silicatée des CSH de plus en plus longue et ramifiée ; par une telle hausse du degré de polymérisation, un état plus stable et moins déformable des CSH est privilégié, ces CSH étant globalement liés à plus de particules environnantes. Dès lors, il existe moins de sites de fluage disponibles et l'énergie nécessaire pour les activer est plus élevée, d'où le vieillissement cinétique du fluage à long terme [YOUNG 1982].

L'absence de recouvrance totale, et donc le caractère partiellement irréversible du fluage, serait due en partie à certains changements microstructuraux, eux-mêmes irréversibles, concernant les particules solides au sein de la pâte de ciment :

a. A la suite du chargement, les particules de CSH sont susceptibles de se rapprocher suffisamment (on touche là à l'amplitude du fluage) pour former de nouvelles liaisons intermoléculaires, qui peuvent être assez fortes pour subsister après déchargement [MULLICK 1972] ;

b. Au niveau des zones d'adsorption empêchée, les hydrates seraient susceptibles de se dissoudre, sous pression ; après avoir migré, ils reprécipiteraient dans des zones de porosité suffisante, moins chargées (près des "frontières" des zones d'adsorption empêchée) ;

c. La solubilité du ciment anhydre pourrait également être augmentée sous pression, donnant lieu à une hydratation forcée, qui entraînerait un retrait du type Le Châtelier, important surtout au jeune âge.

Ceci semble être cohérent avec des variations de résistance en compression et de module d'Young, qui ont pu être constatées sous chargement [L'HERMITE 1960] [BAZANT 1972] [GHOSH et al. 1974] [SOUSA COUTINHO 1977] [COOK et al. 1980].

Par ailleurs, on a pu constater l'influence de la charge sur la structure du matériau grâce à des observations au microscope électronique (les spécimens qui ont subi du fluage exhibent un faciès plus amorphe voire vitreux que ceux non chargés, sur lesquels rosettes et aiguilles caractéristiques sont observables) [MILLS 1968b] [KROKOSKY 1970]. Cette augmentation de la compaction est nécessaire et cohérente avec le fait que le fluage ne peut pas avoir lieu à volume constant du fait d'un coefficient de Poisson de fluage différent de 0,5.

Les mécanismes qui régissent le comportement sous charge ne sont pas clairement établis. Il ressort cependant, de ce qui précède, qu'à la partition temporelle entre des mécanismes de court terme, plutôt liés à des mouvements d'eau, et des mécanismes de long terme, plutôt liés à des mouvements de particules solides, soit associée une partition spatiale entre, respectivement, l'espace poreux capillaire et un espace de pores d'un ordre de grandeur inférieur (pores des hydrates). La figure I.21 résume, en les localisant, les processus principaux donnant lieu au comportement visqueux du matériau sous charge.

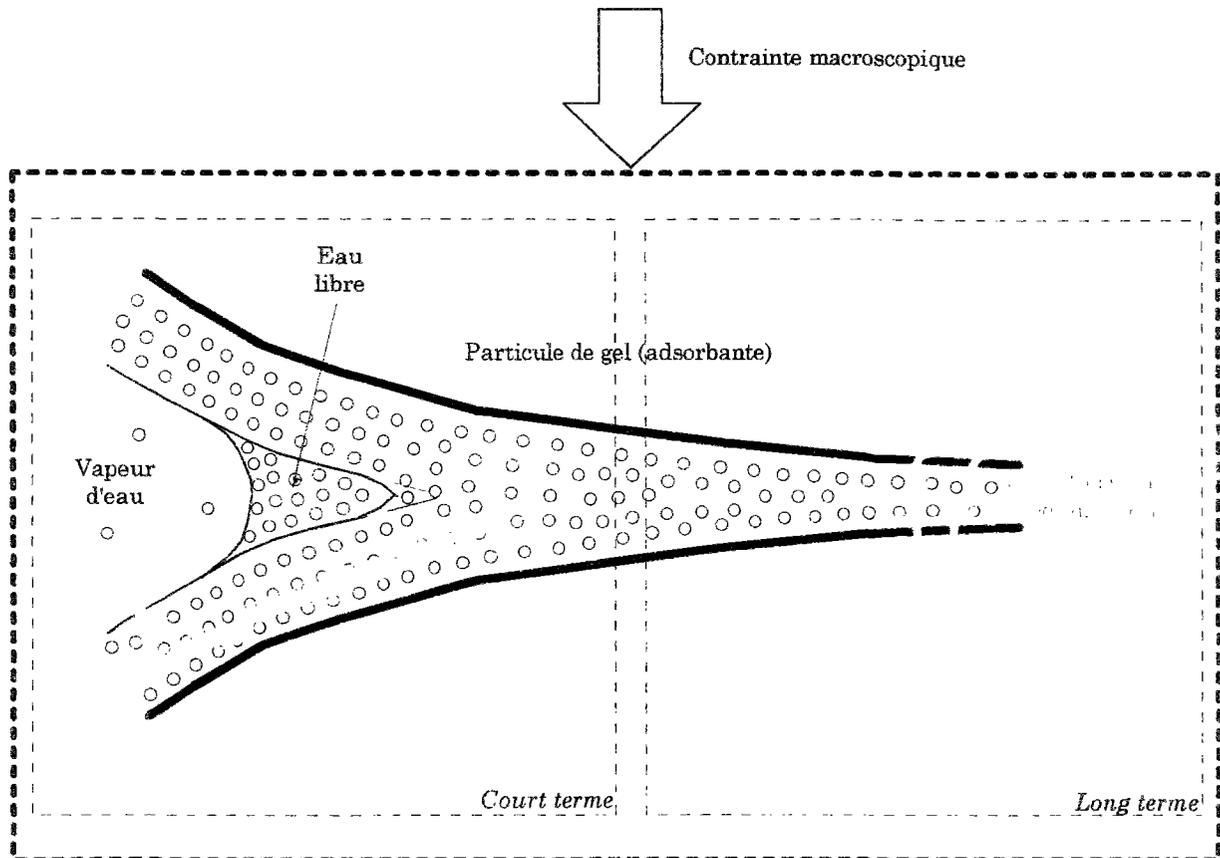


Figure I.21. Processus, à l'échelle microscopique, à l'origine du comportement macroscopique sous charge

I.2.3.2 MÉCANISMES INDIRECTS (À L'ÉCHELLE DES DISCONTINUITÉS DU COMPOSITE)

Ils engendrent la part du fluage du béton liée à son caractère composite (matériau considéré à une échelle macroscopique). Pâte de ciment et béton ont, qualitativement, le même comportement en fluage (l'allure des courbes est la même) dans le domaine des contraintes de service, pour autant que la microfissuration soit d'un apport négligeable dans le fluage du béton. Ces mécanismes apparents ne valent que parce qu'ils engendrent une redistribution des contraintes dans le matériau.

Les granulats

La majorité des roches fournissant les granulats (sauf les grès, mais ils sont exclus des bétons de structure) ne fluent pas, du moins sous les contraintes qui sont celles qu'ils subissent dans les bétons⁴⁴ ; dans ce domaine de contraintes, les granulats ont un comportement élastique linéaire. On peut supposer qu'il en est de même pour les grains de ciment anhydre qui jouent le rôle de granulats dans la matrice.

⁴⁴ et du moins sur des échelles de temps qui ne sont pas celles des géologues !

Leur participation intrinsèque au fluage n'est qu'indirecte. Ils ne modifient pas la chronologie de la déformation différée de la pâte de ciment, mais leur effet sur son amplitude est a priori double :

1. Plus la teneur en granulats du matériau est élevée⁴⁵, plus le volume relatif de pâte est réduit : la déformation, rapportée au volume total, est ainsi également réduite.
2. Par ailleurs, la présence de granulats entrave les déformations de fluage (et de retrait) de la pâte de ciment : lorsque la matrice flue, la charge est progressivement transférée de la pâte vers les granulats ; ces derniers, mis en précontrainte, stockent une certaine énergie de déformation (élastique), qui croît avec la durée de fluage. L'état de contrainte interne évolue donc et cette redistribution des contraintes sera déterminante vis-à-vis de la déformation différée ultérieure : augmentation des compressions dans les inclusions élastiques, relaxation des contraintes dans la pâte visco-élastique (qui flue donc moins). En cas de suppression de la charge extérieure, l'énergie bloquée dans les granulats est, en partie seulement, restituée, ce qui aboutit à la déformation de recouvrance, là aussi due à une redistribution des contraintes internes ; les contraintes des zones qui sont restées élastiquement déformées ne disparaîtront donc pas entièrement et il subsistera des contraintes internes, expliquant la non-totalité de la recouvrance.
3. Cet effet quantitatif peut être assorti, à volume relatif de granulats fixé, d'un effet qualitatif : pour des bétons identiques dont les granulats sont de qualités différentes (en termes de rigidité, forme, dimension, porosité et adhérence), les déformations peuvent varier dans un rapport de 2 à 5 selon les auteurs (cf. figure I.22).

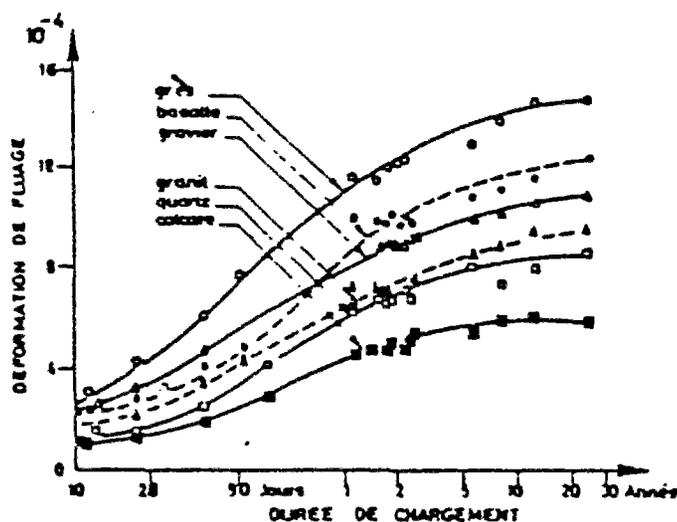


Figure I.22. Déformation de fluage de bétons de granulats différents

La fissuration

Elle est induite au niveau des interfaces inclusion / matrice (granulat / pâte dans le béton ; grains de ciment anhydre / gel de CSH dans la pâte), les granulats jouant ici un rôle indirect. Plus la teneur en granulats est forte, plus il y a d'interfaces pouvant a priori donner lieu à une fissuration, ce qui a pour conséquence une déformation de

⁴⁵ Variabilité toutefois limitée dans les cas réels de structures en béton !

fluage plus grande (ce qui est en contradiction avec ce qui précède) : la fissuration peut donc être considérée comme un élément témoin de l'amplitude du fluage.

Tant que la densité des microfissures reste faible, on peut imaginer que les contributions de chacune d'elles à la déformation de fluage sont additives, ce qui nous offre une explication de la linéarité du fluage propre vis-à-vis de la contrainte. La perte de linéarité au-delà d'un certain pourcentage σ/f_c proviendrait, quant à elle, de l'interaction entre les microfissures ; l'irréversibilité de la fissuration serait l'argument de l'absence de recouvrance totale.

I.2.3.3 COUPLAGE ENTRE MÉCANISMES RÉELS ET APPARENTS

Rossi propose une nouvelle hypothèse [ROSSI et al. 1988] consistant en un couplage microfissuration / retrait endogène : les microfissures engendrées à l'intérieur du matériau lors de l'application de la charge permettraient une dessiccation du matériau à la périphérie de chaque microfissure, donc une autodessiccation du béton dans lui-même. De celle-ci résulteraient des tensions capillaires, dans les zones entourant les microfissures, analogues à celles produites lors du retrait endogène, donc une redistribution progressive des contraintes au sein du matériau ; ce phénomène serait auto-entretenu du fait que ces redistributions vont engendrer à leur tour de nouvelles fissures.

L'apparition d'une microfissuration, qui est à la base de cette hypothèse, est certes confirmée sur béton par des mesures d'émission acoustique, qui montrent une forte proportionnalité entre le nombre de microfissures apparues et la déformation de fluage propre [ROSSI et al. 1993] ; il est impossible cependant de déterminer si cette microfissuration est la cause ou la conséquence de la déformation de fluage. Par ailleurs, cette hypothèse implique une variation de l'humidité relative interne, par autodessiccation, accrue sous charge (par rapport à celle d'un échantillon non chargé) ; expérimentalement, ceci n'a pas été confirmé : on n'a pu ni mesurer directement cette variation d'humidité relative interne, ni en constater indirectement l'effet, par différence entre un échantillon chargé et un échantillon non chargé, sur la cinétique de dessiccation, après que la protection hydrique a été supprimée. Cette indépendance de l'évolution de l'humidité relative interne vis-à-vis de l'application du chargement, et donc de la microfissuration qu'il peut provoquer au sein du matériau, avait d'ailleurs déjà été soulignée [HANSEN 1960].

I.2.4 CAS DES MATÉRIAUX À HAUTES PERFORMANCES⁴⁶

L'autodessiccation est particulièrement marquée pour les matériaux à hautes performances : l'épuisement de l'eau étant alors plus rapide que dans le cas de matériaux ordinaires, il en va de même de la stabilisation du retrait endogène ; par ailleurs, leur porosité capillaire plus fine engendre des forces capillaires plus élevées et, par là-même, une contraction du squelette plus forte. Les matériaux à hautes

⁴⁶ Les assertions faites ici sont évidemment à nuancer, en particulier en fonction de la formulation de ces matériaux.

performances présentent donc un retrait typiquement plus rapide et plus fort que les matériaux ordinaires.

A même âge de chargement, les matériaux à hautes performances semblent présenter un fluage de court terme d'amplitude plus réduite que celle concernant les matériaux ordinaires, et ce, d'autant plus que le mélange contient de la fumée de silice, à l'exception toutefois des chargements au très jeune âge (typiquement inférieur à 24 heures) ; le fluage de long terme est, lui, d'amplitude plus réduite. Globalement, le développement du fluage propre d'un matériau à hautes performances est plus rapide et plus rapidement stabilisé que celui d'un matériau ordinaire. Tout ceci est à mettre au compte d'un volume d'hydrates plus faible, mais développé plus rapidement dans les matériaux à hautes performances.

I.3 LA MODÉLISATION « CLASSIQUE » DU FLUAGE

L'insertion d'un tel paragraphe dans un chapitre intitulé « Processus physicochimiques et comportement sous charge » peut sembler étrange. Rappeler les principes généraux de la modélisation « classique » du fluage (propre) nous semble cependant être le meilleur moyen de mettre en évidence ses carences et limites, et de servir ainsi notre propos, militant en faveur d'une modélisation fondée explicitement sur les processus physicochimiques à l'origine des phénomènes.

Modéliser le comportement sous charge nécessite d'établir des lois de comportement, c'est-à-dire des relations contrainte-déformation, du matériau. Ces modèles mathématiques sont généralisés à partir d'événements simples (chargement en échelon de contrainte par exemple) pour rendre compte de la réponse à tout historique complexe de sollicitation⁴⁷.

Le cas du béton est délicat du fait de son caractère héréditaire : comme nous l'avons vu, il présente une irréversibilité en cas de déchargement, sa recouvrance n'étant en général pas totale (en partie seulement à cause du vieillissement de ce matériau) ; ainsi, sa réponse à l'instant t actuel, à une sollicitation variable dans le temps (c'est le cas général de tout ouvrage ou structure en fonctionnement normal), dépend de toute l'histoire antérieure de sollicitation, en ce sens qu'il existe une interaction entre la valeur actuelle de la sollicitation et les effets des valeurs prises par cette sollicitation aux instants antérieurs.

Or les conséquences du fluage sur la stabilité et la durée de vie des structures sont trop importantes pour que l'on puisse se passer de la modélisation. On a donc en général recours à des concepts simplificateurs, à savoir un formalisme linéaire, dans le cadre de la viscoélasticité linéaire avec ou sans vieillissement [SALENÇON 1981].

La généralisation à une formulation intégrale du principe de superposition (qui est un type de loi viscoélastique linéaire) peut s'écrire :

⁴⁷ Nous nous limiterons ici à des sollicitations mécaniques ; mais le problème est le même pour les sollicitations thermiques ou hygrométriques.

$$\varepsilon(t) - \varepsilon^o(t) = \int_0^t J(t, \tau) d\sigma(\tau) \dots\dots\dots (I.10)$$

où $J(t, \tau)$ est la complaisance de fluage à l'instant t pour un âge de chargement τ ,
 $d\sigma(\tau)$ est l'incrément de contrainte à l'instant t ,
 $\varepsilon^o(t)$ est la déformation indépendante du chargement (retraits thermique et endogène).

La déformation viscoélastique qui résulte d'une histoire de chargement quelconque s'obtient par l'addition algébrique des déformations viscoélastiques qui répondent à chacun des chargements ou déchargements élémentaires. Ce principe est illustré en figure I.23.

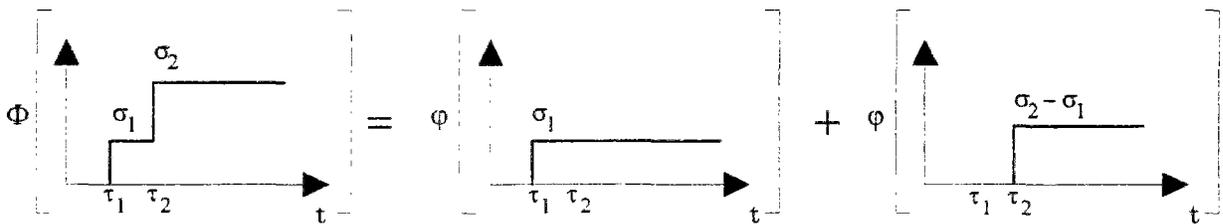


Figure I.23. Illustration du principe de superposition :
 Φ est une fonctionnelle linéaire par opposition à son noyau φ défini comme une fonction

La loi de comportement peut alors être donnée sous la forme du noyau φ de cette fonctionnelle linéaire Φ . Ce noyau est, dans le cas non vieillissant, une simple fonction de la durée de chargement $(t-\tau)$, ou, dans le cas vieillissant, une fonction, à la fois, de t et de τ .

Il reste dès lors à préciser le noyau⁴⁸ de fluage $\varphi(t, \tau)$ ou, ce que préfèrent certains, la fonction de complaisance $J(t, \tau)$, les deux étant liés par la relation :

$$J(t, \tau) = \frac{1 + \varphi(t, \tau)}{E(\tau)} \dots\dots\dots (I.11)$$

où $E(\tau)$ désigne le module d'Young, qui dépend, notamment au jeune âge, de l'âge τ du matériau.

Deux catégories de formules existent, à savoir les modèles multiplicatifs (produit de l'effet de l'âge de chargement par celui de la durée sous charge) tels les modèles CEB/FIP MC 90, BPEL 91, Double Power Law et ses extensions⁴⁹ [BAZANT et al. 1985]...

⁴⁸ ou loi de fluage selon les auteurs.

⁴⁹ célèbre pour son nombre de paramètres qui n'améliore pas forcément sa précision !

et les modèles additifs (plus rares, qui distinguent un terme d'élasticité différée et un terme d'écoulement correspondant à la part irréversible du fluage).

On peut s'étonner ici que certains auteurs développent encore des modèles où le temps est le seul paramètre « physique ». User du concept de maturité paraît pour le moins préférable, surtout aux jeunes âges. C'est même indispensable lorsque l'on doit prendre en compte l'influence de la température sur l'hydratation en tout point d'une structure⁵⁰.

La linéarité par rapport à la contrainte des modèles de fluage existants est source de divergence significative avec les résultats expérimentaux. C'est en particulier remarquable dans des cas d'historiques de chargement un peu compliqués comportant notamment de forts déchargements (voir par exemple [GUÉNOT et al. 1994]).

La viscoélasticité linéaire est en fait contenue dans la loi de comportement générale suivante, aboutissant à un modèle de type incrémental [ACKER et al. 1989].

Dans le cadre de ce modèle, la vitesse de fluage est définie comme suit :

$$\dot{\varepsilon}^{fl} = f(\sigma, \varepsilon^{fl}, T, \mu, \omega) \dots \dots \dots (I.12)$$

où σ est la contrainte actuelle

T la température, μ la maturité, ω la teneur en eau au point considéré

ε^{fl} la déformation visqueuse déjà effectuée.

Ce modèle, qui peut être linéaire par rapport à la contrainte σ , prend en particulier en compte d'autres variables, comme T ou ω , qui sont très influents sur le comportement du béton.

Dans certaines conditions, le modèle se ramène au calcul d'un temps équivalent, défini comme étant la durée α qu'aurait mis l'élément de volume considéré dans les conditions actuelles et sous une contrainte égale à la contrainte actuelle pour atteindre la déformation de fluage ε^{fl} actuelle. Elle est illustrée par la figure I.24.

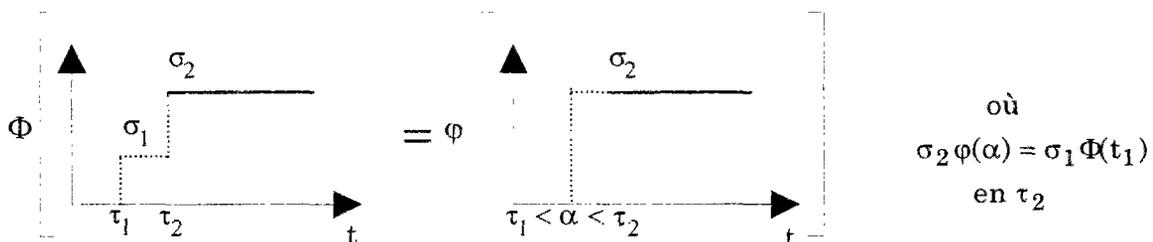


Figure I.24. Illustration de la méthode du temps équivalent pour $\tau_2 \leq t$

⁵⁰ Se pose ici la question de la représentativité des éprouvettes de laboratoire par rapport aux ouvrages réels quant au développement des histoires thermiques ; c'est un autre débat !

Dans le cadre du modèle viscoélastique linéaire, la totalité du comportement du matériau est capturée par la loi de fluage. Les expressions classiques⁵¹ de cette loi, qui sont en général d'origine empirique et ajustées sur des valeurs expérimentales, sont prisonnières de leur mode d'élaboration et atteignent d'autant plus rapidement leurs limites que l'on sort du domaine d'application fixé par telle ou telle grandeur expérimentale.

Il est certes possible de procéder à l'adaptation des lois de comportement empiriques existantes à des gammes plus larges de cas que celles sur lesquelles elles ont été calibrées (en termes de matériaux ou de sollicitations) : c'est, par exemple, la démarche adoptée par le groupe AFREM⁵², dont les travaux ont abouti à l'adaptation des règlements BAEL/BPEL 91 au cas des bétons à hautes performances avec ou sans fumée de silice, pour des résistances allant jusqu'à 80 MPa [AFREM 1996].

Cette démarche répond à une demande à court terme des ingénieurs qui doivent faire face au développement relativement rapide de ces matériaux. Mais elle reste, par construction, limitée, encore nécessairement fondée plus sur des considérations statistique et empirique que sur la physique des phénomènes ; cependant, l'analyse de fond est engagée, ce qui se traduit, par exemple, par la prise en compte de paramètres, jouant sur l'amplitude et la cinétique du fluage propre, qui peuvent être directement reliés à la microstructure du matériau.

En ce qui concerne l'amélioration de la modélisation du fluage propre quant à son application au calcul des structures, une (autre) voie possible consiste en le développement de modèles fondés sur les mécanismes physiques réels des phénomènes, qui s'adapteront d'autant mieux à toute nouvelle configuration de sollicitation qu'ils seront la traduction mathématique de ces mécanismes physiques.

Ceci est un travail de longue haleine, auquel les paragraphes précédents n'encourage pas. Cependant, nous disposons aujourd'hui d'un cadre théorique, celui de la thermodynamique des milieux poreux réactifs [COUSSY 1995], dans lequel une telle modélisation, physique, du fluage semble possible. Du fait du caractère très récent de ces développements, et pour des raisons de fluidité et d'homogénéité de ce texte, ils trouveront tout naturellement leur place dans le dernier chapitre de ce mémoire, consacré à une tentative de modélisation.

⁵¹ Leur multitude rend d'autant mieux compte de leur partialité.

⁵² Association française de recherche et d'essais sur les matériaux et les constructions (sous-groupe Règlement)

I.4 DÉMARCHE ADOPTÉE DANS CE TRAVAIL DE RECHERCHE

Cette synthèse bibliographique montre d'abord que le fluage (propre) et sa modélisation reste un sujet ouvert, et ce malgré toutes les recherches qui se sont concentrées sur ce problème depuis un siècle.

La littérature recèle diverses théories sur les origines physicochimiques et les mécanismes qui peuvent expliquer le fluage propre ; cependant, aucune n'est en complète cohérence avec la globalité du phénomène, avec l'évolution microstructurale du matériau et avec un certain nombre de constatations expérimentales. Le problème reste plutôt confus, essentiellement du fait de la multiplicité des échelles concernées par chacun des mécanismes, multiplicité qu'il est difficile de concilier dans une approche globale. De plus, la limite entre phénomènes induits par ou causant le fluage propre est difficile à cerner ; la remontée des mécanismes de base vers le comportement macroscopique n'est pas non plus immédiate. Enfin, les mécanismes proposés offrent généralement une explication, soit de l'amplitude, soit de la cinétique du phénomène de fluage, mais rarement des deux simultanément.

C'est la raison pour laquelle la modélisation classique du fluage propre est essentiellement phénoménologique (i.e. elle reflète l'allure des résultats expérimentaux), à base de concepts mathématiques simplificateurs ; dès lors faut-il ne pas trop en attendre et accepter que cette modélisation puisse aboutir à quelques déviations par rapport à la réalité !

C'est par la connaissance des phénomènes physicochimiques qui interviennent au sein du matériau qu'il est possible, d'une part, d'en améliorer les propriétés, et, d'autre part, de construire des modèles de fluage qui permettront de mieux déduire (et maîtriser) les réponses de ce matériau à des historiques de sollicitation complexes. L'information sur la microstructure, qui fournirait sans doute la clé du problème, n'est certes pas encore (ou difficilement) accessible. Cependant, la cinétique assure un lien significatif entre le phénomène observable et le mécanisme qui agit à l'échelle microscopique.

C'est dans cette perspective d'une modélisation physique⁵³ du fluage, permettant d'aller vers une conception alternative aux modèles classiques, et pour étoffer le corpus expérimental de fluage et de recouvrance sur pâte de ciment (avec des essais aptes à mettre en évidence les paramètres essentiels), qu'a été conçu le programme expérimental qui va suivre, fondé donc sur deux points :

Travailler sur pâte de ciment - La pâte de ciment est le siège des déformations de fluage dans tout matériau à matrice cimentaire. L'étudier revient à s'intéresser à la source même des phénomènes sans que la déformation soit masquée par des phénomènes indirects comme la fissuration ou la présence des granulats, qui modifient essentiellement l'amplitude mais pas la cinétique des mécanismes fondamentaux.

⁵³ C'est ce genre de considérations qui est déjà à la base de la modélisation de l'évolution de la microstructure et des propriétés du matériau avec l'hydratation, en se fondant non plus sur des lois empiriques, mais sur des mécanismes physicochimiques sains [POMMERSHEIM et al. 1979] [VAN BREUGEL 1991] [GARBOCZI 1993].

L'intérêt de la pâte de ciment sera aussi évident en termes expérimentaux sur la facilité des essais, la taille des éprouvettes notamment et la légèreté des équipements. Enfin le développement et la validation des techniques d'homogénéisation (le modèle trisphère par exemple) permettant le passage à des échelles supérieures rendent aussi ce choix légitime : si jamais il se trouvait dans le béton une autre composante microstructurale (par exemple, les zones d'interfaces entre les granulats et la matrice) qui contribuerait de façon significative à la déformation de fluage, la comparaison entre les résultats expérimentaux de fluage sur béton et leur simulation, obtenue par homogénéisation à partir des résultats expérimentaux sur pâte de ciment, le mettrait en évidence ; il serait alors toujours temps de se pencher sur cette nouvelle question.

Étudier le(s) vieillessement(s) et la recouvrance - ce sont, comme nous l'avons vu, les deux manifestations macroscopiques majeures du matériau sous charge de longue durée (elles intéressent également le calculateur au premier chef) ; nous avons à les retrouver dans et à les expliquer à partir des mécanismes de base.

Telle est la démarche que nous avons adoptée dans cette première étape, EXPLORATOIRE, du grand défi que le fluage constitue pour les chercheurs.

CHAPITRE II.

ETUDE EXPÉRIMENTALE

Le premier choix que nous avons fait est de travailler sur pâte de ciment plutôt que sur mortier ou sur béton. Il s'agit en effet avant tout de chercher et de mettre en évidence les mécanismes qui sont à l'origine du fluage propre du matériau.

Du point de vue expérimental, cela présente également d'énormes avantages.

En effet, la pâte de ciment est un matériau homogène dont la taille de la plus grosse hétérogénéité est celle des grains de ciment anhydre ; de ce fait, il est possible de réduire fortement la taille des corps d'épreuve, l'encombrement et la lourdeur des matériels d'essais de fluage. Pour fixer les idées, les essais de fluage sur béton sont réalisés au L.C.P.C. sur des éprouvettes de hauteur 100 cm et de diamètre 16 cm (20 litres) ; les essais sur pâte concerneront des éprouvettes de hauteur 10 cm et de diamètre 2 cm (30 cm³).

Par ailleurs, les mesures de paramètres structuraux (degré d'hydratation...) sont plus faciles, car la représentativité du matériau n'est plus un problème.

Enfin, les déformations n'étant pas restreintes par les granulats, leur amplitude est plus élevée sur pâte de ciment que sur béton et donc plus facilement mesurables et avec une précision plus importante.

II.1 MATÉRIAUX

II.1.1 FORMULATION

Le choix s'est porté sur une seule formulation, à savoir celle d'une pâte que nous qualifions d'ordinaire PO, fabriquée à partir de ciment CPA CEM I 52,5 PM de Saint Vigor, avec un rapport massique E/C égal à 0,5. Les caractéristiques de cette pâte et de ce ciment sont données en Annexe I.

Cette formulation a déjà été utilisée dans plusieurs, recherches au LCPC, tant sur pâte de ciment que sur bétons, notamment par Le Roy [LE ROY 1995]. Ceci rend possible des applications ultérieures de calcul du fluage de bétons à partir du fluage de leur matrice, grâce à des modèles d'homogénéisation, par exemple les modèles parallèle-série ou trisphère [LE ROY et al. 1995].

II.1.2 CONFECTION ET CONSERVATION DES ÉPROUVETTES DE PÂTE DE CIMENT

Les conditions expérimentales de confection et de conditionnement des corps d'épreuve ont été choisies dans l'optique de diminuer le ressuage (inhérent au fort rapport E/C) et la ségrégation locale, d'empêcher le séchage ou la pénétration d'eau ainsi que de réduire les risques de fissuration précoce des échantillons.

La pâte de ciment fraîche est coulée dans des moules différents selon les essais :

1. pour les essais de résistance et de module, les moules utilisés sont des moules métalliques en deux demi-coquilles (reconstitués, ces moules ont un diamètre intérieur égal à 36 mm) ; le système de bouchage est constitué par un bouchon en caoutchouc (cf. photo II.1).

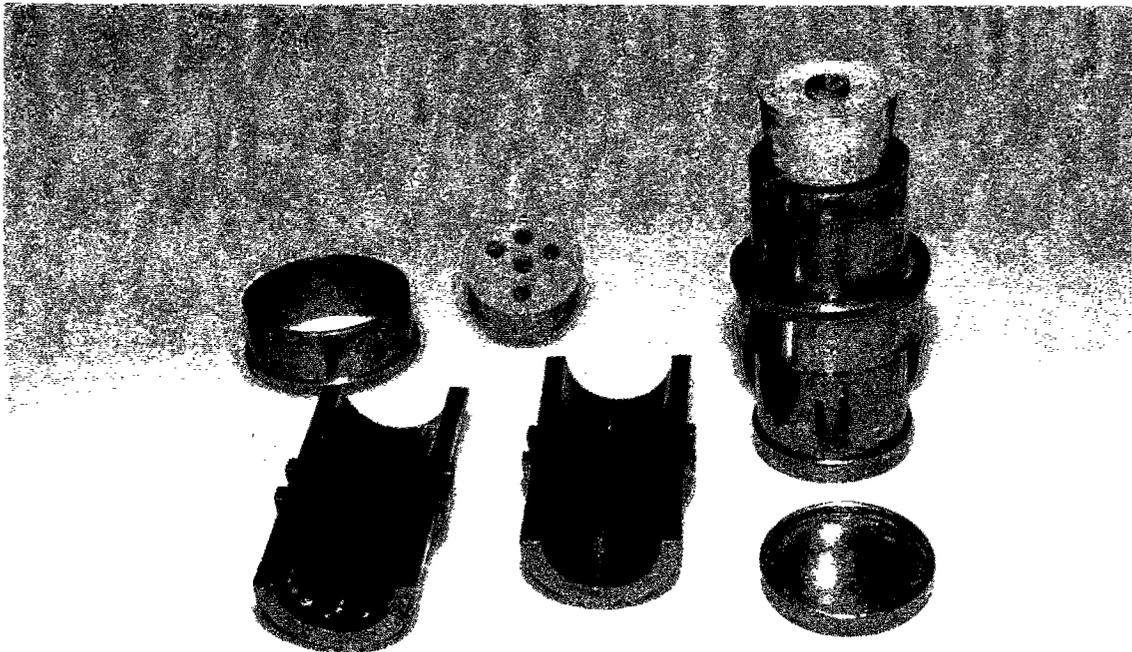


Photo II.1. Moules et système de bouchage pour les éprouvettes destinées aux mesures de résistance en compression et de module d'Young

2. pour les essais de retrait et de fluage, ce sont des moules en téflon ; le bouchage est assuré par un casque métallique (on détaille ceci plus loin).

Dans les deux cas, le système de bouchage est muni d'un trou par lequel peut s'évacuer la quantité de pâte excédentaire lors de la mise en place progressive du bouchon, trou qui est ensuite obturé. Dans le cas des casques, le trou est chemisé par une gaine plastique, qui permet un débouchage facile par simple glissement (cf. photo II.2).

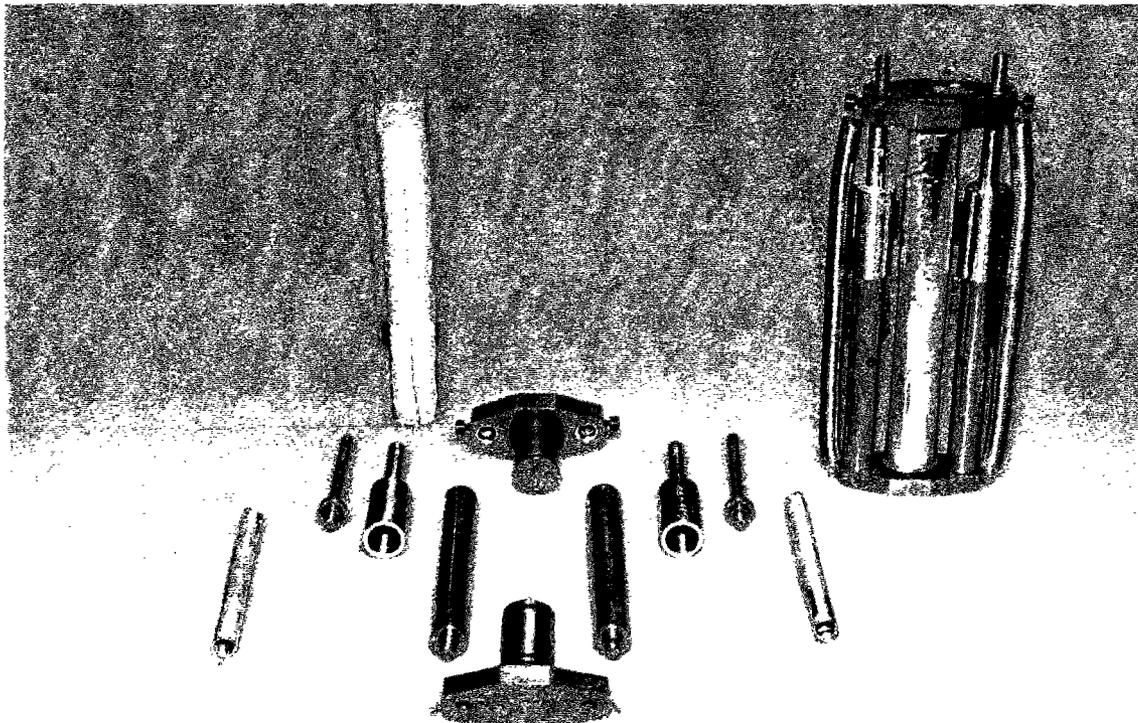


Photo II.2. Moules et système de bouchage pour les éprouvettes destinées aux mesures de retrait et de fluage

II.1.2.1 MALAXAGE ET GÂCHAGE

L'utilisation lors du malaxage (sur malaxeur à mortier) d'une cuve munie en partie basse d'un clapet « doseur » permet de maintenir la rotation des pales à petite vitesse lors du remplissage des moules et ainsi de diminuer fortement le risque de ségrégation dans la cuve (cf. photo II.3). On remplit chaque moule jusqu'à ras bord en venant l'appuyer sous le clapet prévu à cet effet. Une dizaine de petits chocs contre une surface horizontale rigide permet ensuite d'évacuer l'air emprisonné. Puis on vient mettre en place le système de bouchage. Une courte vibration des échantillons sur table vibrante homogénéise le mélange, pour autant qu'il ait subi une ségrégation pendant l'opération précédente.

Les échantillons sont ensuite mis en rotation lente, au moins jusqu'à la prise (dans le cas de la pâte ordinaire, le temps de prise, mesuré à l'aiguille de Vicat, est de 12 heures environ ; la « fin de prise » a lieu au bout d'environ 25 heures). Ce dispositif anti-ressuage a été réalisé au LCPC [LE ROY 1995] à partir d'un moteur-réducteur provenant d'un ancien appareillage (banc de gamma-densimétrie) : la vitesse de rotation est de l'ordre de 4 tours par minute, les échantillons étant fixés perpendiculairement à l'axe de rotation du système (cf. photo II.4).

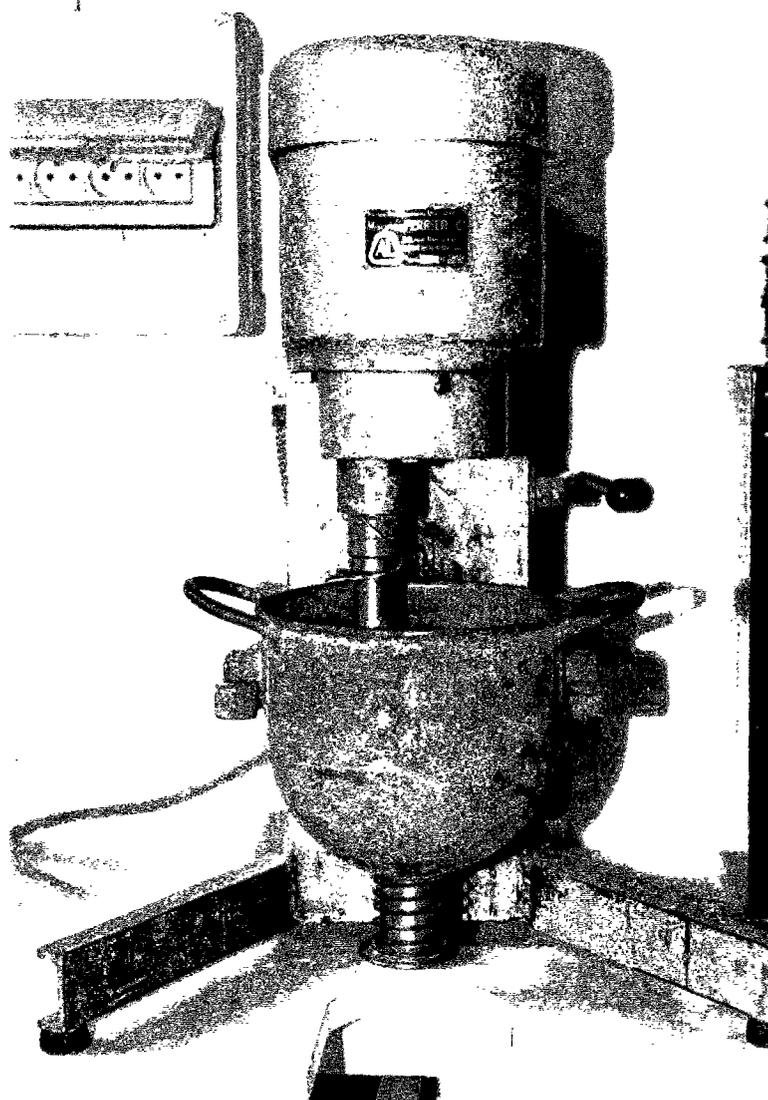


Photo II.3. Cuve du malaxeur et son clapet doseur

Grâce à ce système, on entend obtenir des éprouvettes qui soient les plus homogènes possible du point de vue de leurs propriétés mécaniques et de la répartition de leur teneur en eau (avec un rapport E/C effectif aussi proche que possible du E/C imposé par la formulation). Des observations, rendues possibles par l'incorporation dans la pâte de fillers de quartz, de lames minces au microscope optique ont montré une homogénéité satisfaisante [FRANCIS 1993].

II.1.2.2 PROTECTION ET CONSERVATION

Après démoulage, les éprouvettes sont conservées dans une salle climatisée à $T=20\pm 1^{\circ}\text{C}$ et $\text{HR}=50\pm 5\%$, préservées des échanges hygrométriques avec le milieu ambiant :

les éprouvettes destinées à la détermination de la résistance et du module sont couvertes de deux feuilles d'aluminium adhésif (méthode préconisée par [ATTOLOU et al. 1989] et confirmée par [TOUTLEMONDE et al. 1996]). A échéance d'essai, ces éprouvettes sont sciées afin d'obtenir des cylindres (diamètre 36 mm, hauteur 72 mm), puis rodées afin d'assurer une bonne planéité des surfaces d'appui.

Les éprouvettes destinées aux essais de retrait et de fluage sont maintenues dans leur moule en téflon, la jointure entre les deux coques étant recouverte d'aluminium adhésif (ceci est détaillé plus loin).

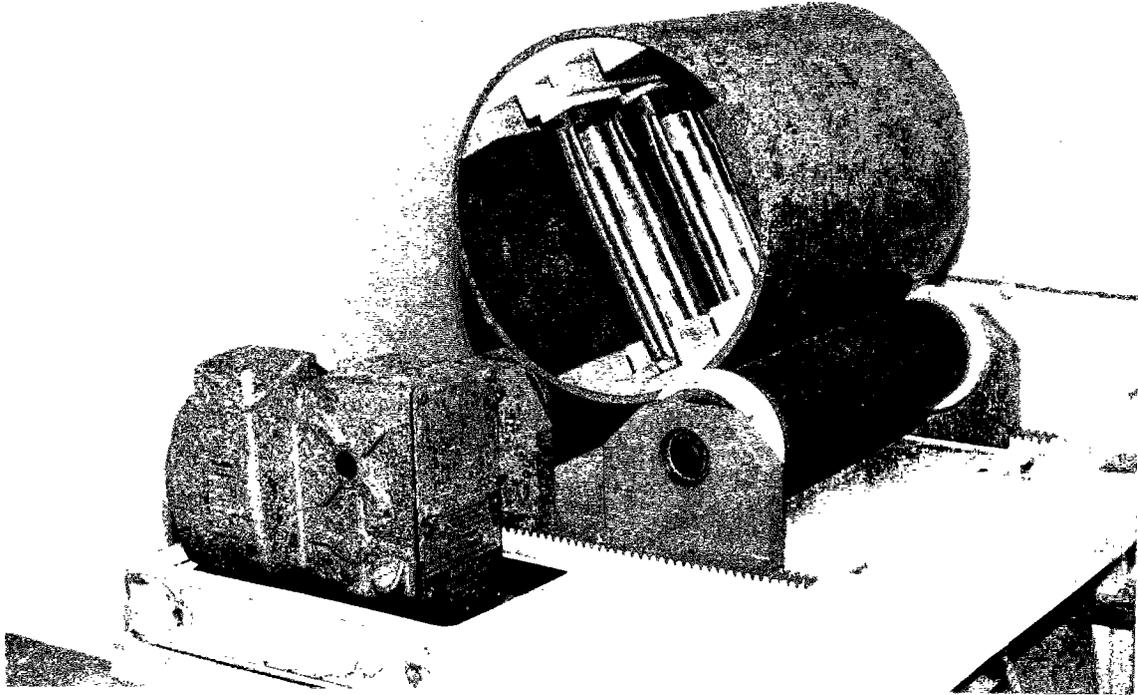


Photo II.4. Dispositif anti-ressuage avec les moules

II.2 DÉTERMINATION DE LA RÉSISTANCE EN COMPRESSION ET DU MODULE D'YOUNG

La connaissance de la résistance caractéristique en compression en fonction de la maturité est indispensable à la détermination des contraintes que l'on peut appliquer lors des essais de fluage. La détermination du module d'Young permet, elle, d'avoir un ordre de grandeur des déformations instantanées que l'on aura à mesurer lors de ce même essai.

Les éprouvettes ont été chargées en compression uniaxiale sur une presse hydraulique MFL 100 kN asservie en effort. La montée en charge s'effectue à $0,5 \text{ MPa}\cdot\text{s}^{-1}$. Trois cycles consécutifs, entre 5 % et 30 % de la charge de rupture, sont effectués sur chaque éprouvette. Celle-ci est ensuite amenée à rupture par écrasement afin d'obtenir la résistance caractéristique à la compression $f_c(\mu)$ à la maturité μ .

Du fait de la grande différence entre les diamètres respectifs des éprouvettes et des plateaux de la presse, des contre-plateaux en alliage d'aluminium¹, adaptés à la taille des corps d'épreuve testés, ont été fabriqués afin d'obtenir une bonne uniformité de la contrainte appliquée dans l'éprouvette² ; une étude préliminaire a montré que l'utilisation de ces contre-plateaux n'a pas d'influence significative sur la résistance ultime atteinte.

La mesure des déformations longitudinales est assurée par un extensomètre de type J2P, constitué de deux couronnes en aluminium, fixées dans la partie centrale de l'éprouvette à tester par trois pointeaux situés à 120° [BOULAY et al. 1981]. L'effort de contact entre l'éprouvette et le pointeau est assuré par une liaison prismatique à lames élastiques parallèles et reste donc constant pendant la durée du chargement. Les pointeaux sont verticalement espacés d'une longueur de base de 40 mm (afin que la mesure des déformations de l'éprouvette ne soit pas perturbée par les zones d'appui entre l'éprouvette et les plateaux de la presse).

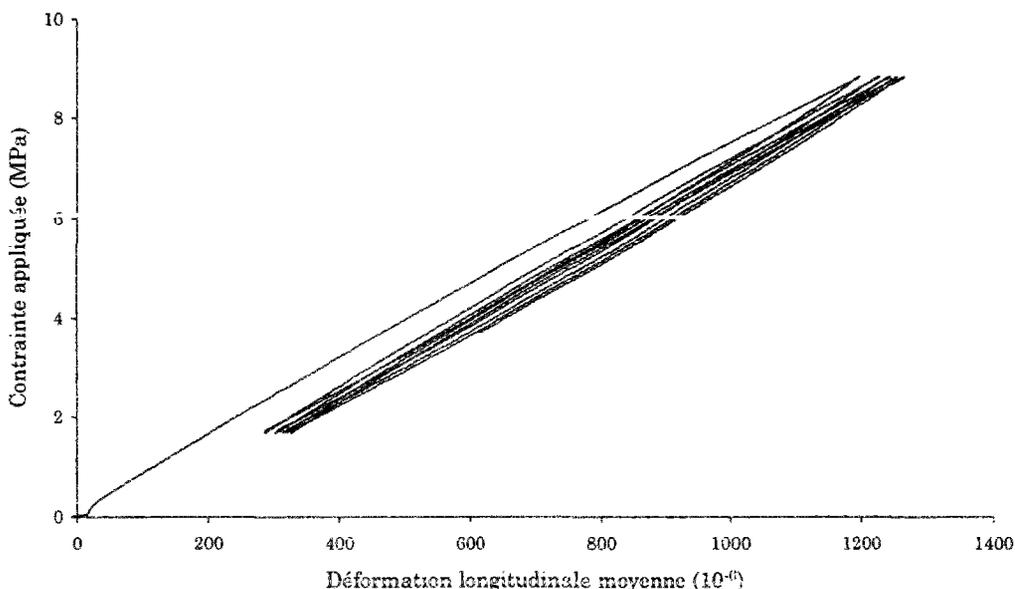


Figure II.1. Diagramme contrainte-déformation obtenu sur la pâte de ciment PO âgée de 3 jours

Au droit des pointeaux sont placés trois LVDT, i.e. trois capteurs de déplacement à transformateur différentiel, qui permettent de mesurer le déplacement relatif des deux couronnes en cours d'essai. Chaque LVDT est alimenté par un conditionneur qui recueille les informations individuelles lues par les capteurs et qui peut également en faire la moyenne. Tout ceci est enregistré au niveau de la centrale d'acquisition ce qui permet, en temps réel, l'établissement de la courbe contrainte-déformation, du type de

¹ dont le rapport E/ν (module d'Young/coefficient de Poisson) est plus proche de celui de la pâte de ciment que celui de l'acier, pour limiter l'écart entre les déformations transversales et donc le frettage.

² Ces contre-plateaux permettent en outre un centrage plus facile, centrage qui est primordial afin d'éviter toute flexion parasite.

celle présentée en figure II.1, de laquelle on peut déduire le module d'Young. Cette détermination se fait, par convention, sur la montée du troisième cycle.

II.3 ESSAIS DE RETRAIT ET DE FLUAGE SUR PÂTE DE CIMENT

II.3.1 DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE D'ESSAI

La conception des essais de fluage sur pâte de ciment a été initiée par Acker [ACKER 1993], puis développée par Hua [HUA 1992] et Le Roy [LE ROY 1995]. A l'occasion de la description de l'appareillage d'essai, nous revenons sur le cahier des charges auquel cet essai se doit de répondre et les options qui en ont découlé :

1. Ce sont les déformations endogènes de la pâte de ciment qui nous intéressent : il s'agit donc de protéger l'éprouvette de la dessiccation, dès la fabrication de l'échantillon et pendant tout le temps de l'essai. Divers procédés ont été essayés (moules en plexiglas ou en peek notamment [HUA 1992] [FRANCIS 1993]). Actuellement, les échantillons sont coulés dans des moules cylindriques en téflon³, qui sont les plus étanches à la vapeur d'eau (à la fois en absorption et en dessiccation).
2. Il est nécessaire de suivre les déformations de la pâte de ciment dès le plus jeune âge : la mesure du retrait débute dès l'âge de 24 heures dans le cas de la pâte de ciment PO. De façon générale, le début des mesures doit pouvoir se faire dès que la prise a eu lieu. C'est d'autant plus important pour les pâtes à hautes performances, pour lesquelles le retrait endogène est plus rapide au très jeune âge : certaines effectuent 20 % de leur retrait dans les premières 24 heures.
3. Les déformations mesurées ne doivent être gênées par aucune partie du montage : le moule en téflon convient du point de vue de sa déformabilité (sa rigidité est négligeable devant celle de l'éprouvette). Plus précisément, il est nécessaire que ces moules cylindriques soient fendus sur une génératrice, de manière à pouvoir les désolidariser de la pâte de ciment avant le début des mesures⁴ : tout collage entre les deux matériaux pourrait entraîner au tout jeune âge des contraintes par retrait gêné, donc une fissuration ; cette opération de décollement permet en outre de vérifier la qualité apparente de l'éprouvette, en particulier l'absence de bullage. Le moule en téflon dès lors est maintenu en place pendant l'essai, sa fente étant protégée de la dessiccation par l'apposition d'une feuille d'aluminium adhésif⁵. Les éventuels départs d'eau sont contrôlés par pesées différentielles avant et après essai.
4. Les éprouvettes doivent être sollicitées en compression simple, dans l'axe des éprouvettes. Le centrage de l'effort appliqué doit être assuré pendant toute la durée de l'essai ; l'effort doit par ailleurs être maintenu constant. Le choix s'est porté sur deux types de bâtis de fluage, anciennement oedométriques, qui ont été transformés et

³ Plus précisément en PTFE (polytétrafluoroéthylène)

⁴ Jusqu'à cet instant, où elle est ôtée, une gaine thermorétractable adaptée sur le moule (dont elle permet de conserver la cylindricité) servira de protection contre la dessiccation.

⁵ La qualité de non-adhérence du téflon étant bien connue, le collage n'est rendu possible que par activation de sa surface par une solution de naphtylsodium dans le tétrahydrofurane.

adaptés aux dimensions des éprouvettes de pâte de ciment. La charge est assurée par des masses en fonte posées sur des étriers prévus à cet effet, le poids de ces masses étant amplifié par un bras de levier (cf. tableau II.1).

Type de bâti	Bras de levier
M&O	× 5
Wykeham Farrance	× 10

Tableau II.1. Caractéristiques des bâtis de fluage

A ces bâtis est associé, du point de vue de la transmission de la charge, un système de casques métalliques équipant directement les éprouvettes de pâte de ciment : les deux billes présentes sur le bâti viennent se positionner dans un évidement conique pratiqué sur la face externe de chaque casque.

Précisons la description de l'équipement des éprouvettes, en suivant les schémas de principe présentés en figures II.2 et II.3 (on se reportera également aux photos II.5 et II.6) :

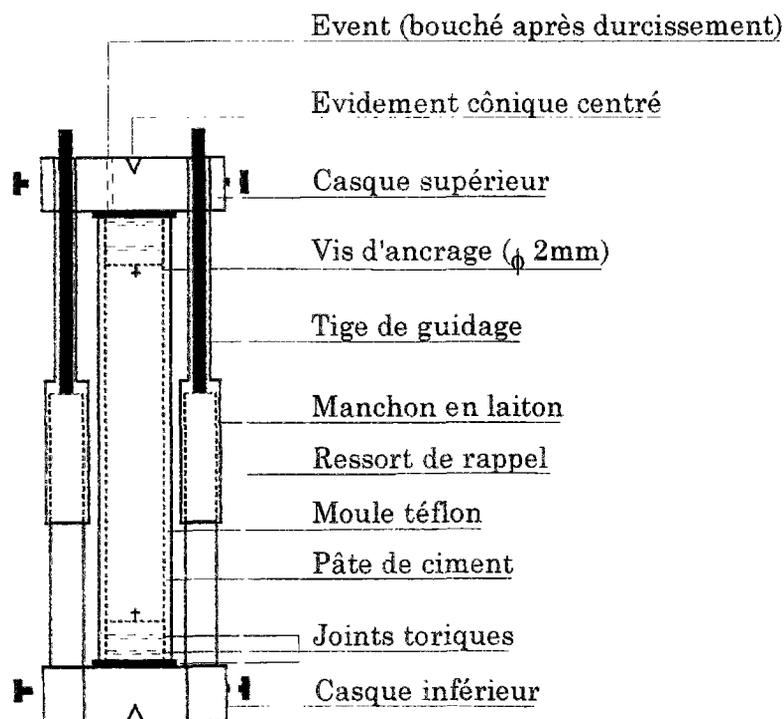


Figure II.2. Schéma de principe de l'équipement de l'éprouvette

L'embout cylindrique du casque qui vient s'adapter dans le moule, en étant guidé⁶ par deux tiges prévues à cet effet, est équipé de deux joints toriques destinés à assurer l'étanchéité. Une vis de diamètre 2 mm à l'extrémité de chaque embout est censée

⁶ Afin d'augmenter la longueur de guidage, nous avons été amenés à ajouter un manchon en laiton.

solidariser celui-ci avec l'éprouvette, dans laquelle elle pénètre sur une hauteur d'environ 4 mm. Pendant la phase de prise, seul un mouvement de translation d'un casque par rapport à l'autre est autorisé, au moyen de deux tiges de guidage (qui occupent la place des futurs capteurs de mesure) et de ressorts de rappel. On vise ainsi à assurer ultérieurement, lorsque la pâte aura durci, un bon contact entre l'éprouvette et les casques, le matériau à l'état frais épousant, le cas échéant, les imperfections de surface des casques. Les casques doivent s'ajuster dans le moule avec un très faible frottement (toujours afin d'éviter les déformations gênées au tout jeune âge), que le maintien des ressorts peut compenser sur les éprouvettes de retrait.

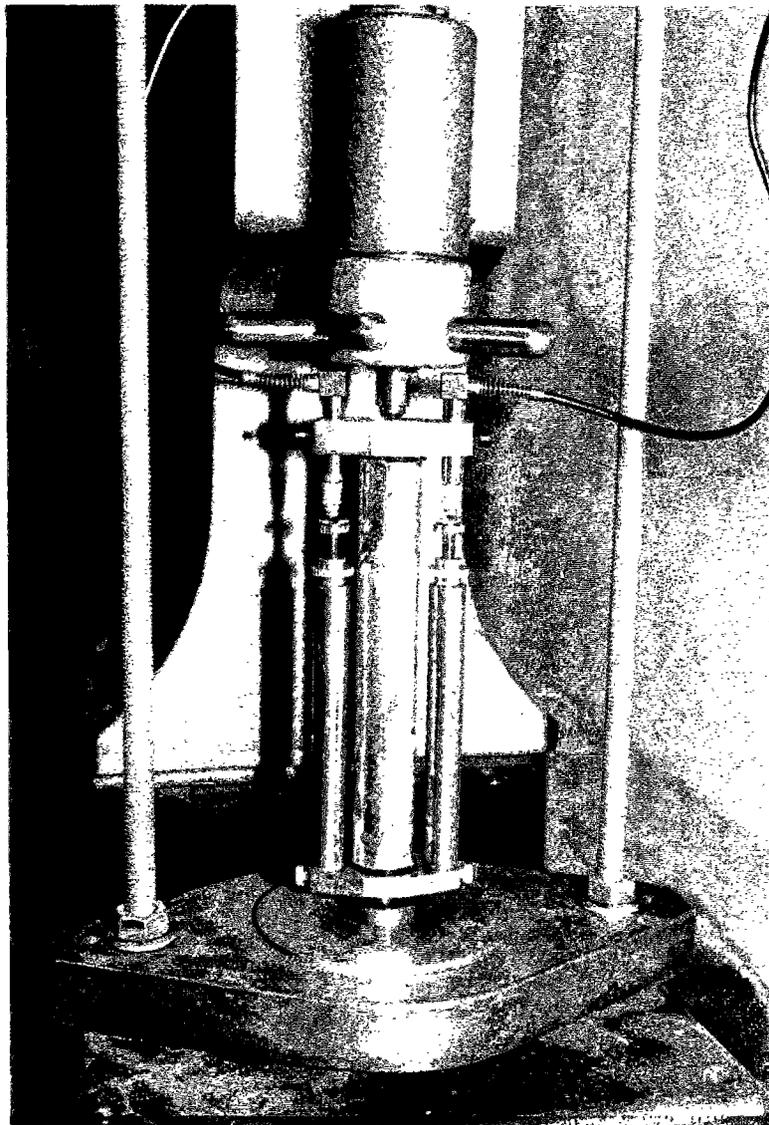


Photo II.5. Eprouvette équipée, placée dans le bâti de fluage et prête à être mise en charge

5. Pour permettre une analyse physique fine des comportements, le choix s'est porté sur un système automatique d'acquisition des données en continu : les casques évoqués précédemment permettent le positionnement de capteurs LVDT destinés à la mesure des déformations longitudinales de retrait et de fluage, capteurs qui viennent remplacer les tiges de guidage⁷ dès l'arrêt de la procédure anti-ressuage. Ces capteurs sont connectés à une carte électronique (D100) qui les alimente et transforme leurs tensions

⁷ Il faut prendre soin à ce moment de ne pas induire de torsion relative entre les deux casques.

de sortie en points (de -8000 à +8000 points pour une course de -0,5 mm à +0,5 mm). Le programme d'acquisition SUPERFLU⁸ transforme cette information en déformations et l'enregistre en temps réel.

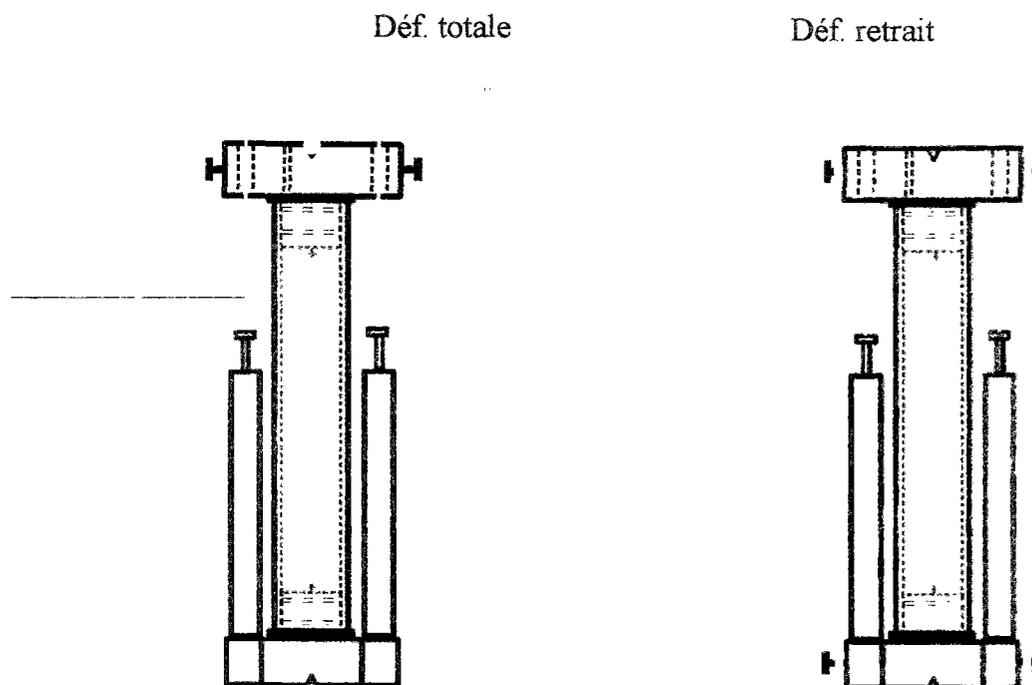


Figure II.3. Schéma de principe du chargement et de la mesure du fluage
Déformation mécanique = Déf. Totale - Δ (Déf. retrait)

C'est le dépassement de la valeur d'un seuil (déplacement minimum) fixé par l'opérateur qui déclenche l'enregistrement de l'information. Le seuil est fixé à 1 micromètre, ce qui correspond à une déformation de 10^{-6} m/m, la longueur de l'éprouvette, que nous prendrons comme longueur de base⁹ pour le calcul des déformations, étant de 100 mm.

Au lancement de l'essai, l'acquisition a lieu à une fréquence de 18 scrutations par seconde pendant la première minute. Cela permet d'avoir une grande précision sur les premières valeurs de déformation et notamment de distinguer la partie élastique de la partie différée.

⁸ Ce programme (SURveillance PERmanente du FLUage) a été développé, au sein du service Métrologie et Instrumentation du LCPC, par J. Ehrlich.

⁹ C'est la longueur correspondant à la taille du moule téflon diminuée de la hauteur des embouts cylindriques des deux casques ; l'influence des deux filetages, sièges de concentration de contrainte importante, est négligeable lorsqu'elle est intégrée sur toute la hauteur.

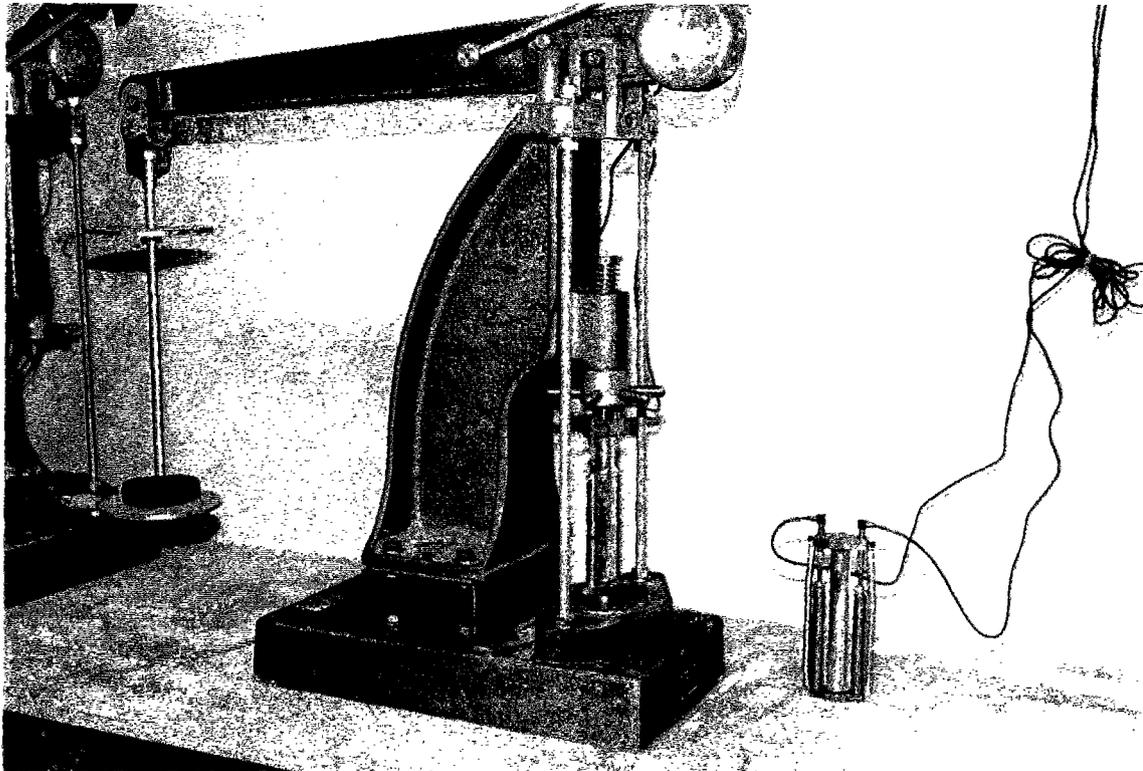


Photo II.6. Principe de chargement et de mesure du fluage

6. Les essais doivent être fiables et répétables (cette vérification fait l'objet des deux premières séries expérimentales et sera évoquée dans le chapitre suivant).

La question s'est posée de l'influence de l'interface casque / éprouvette sur la qualité de la mesure de la déformation (tout comme elle se pose dans le cas de la mesure des déformations d'une éprouvette entre les plateaux d'une presse). Nous avons choisi de confronter les résultats obtenus dans cette configuration expérimentale à des résultats obtenus avec une autre technique de mesure, extensométrique, avec l'appareil J2P évoqué plus haut : puisque la mesure s'effectue dans ce cas entre deux sections de l'éprouvette, on s'affranchit des effets d'interface. La comparaison a porté sur une éprouvette âgée de 77 jours que l'on a chargée à 16 MPa (soit environ 40 % de sa charge de rupture). Les déformations totales et les déformations de fluage (déformation totale moins déformation instantanée) sont présentées respectivement sur les figures II.4 et II.5. Elles sont prises positives dans le cas d'un raccourcissement.

L'écart sur la déformation de fluage est faible (moins de 5 %) ; le système de mesure est tout à fait fiable et étonnant de régularité. On n'a pu par ailleurs constater qu'une très faible flexion lors de cet essai préliminaire. L'écart sur les déformations totales est quant à lui notable, mais il est dû en fait à un écart (d'environ 40 %) sur les déformations instantanées (on a constaté la même chose au déchargement).

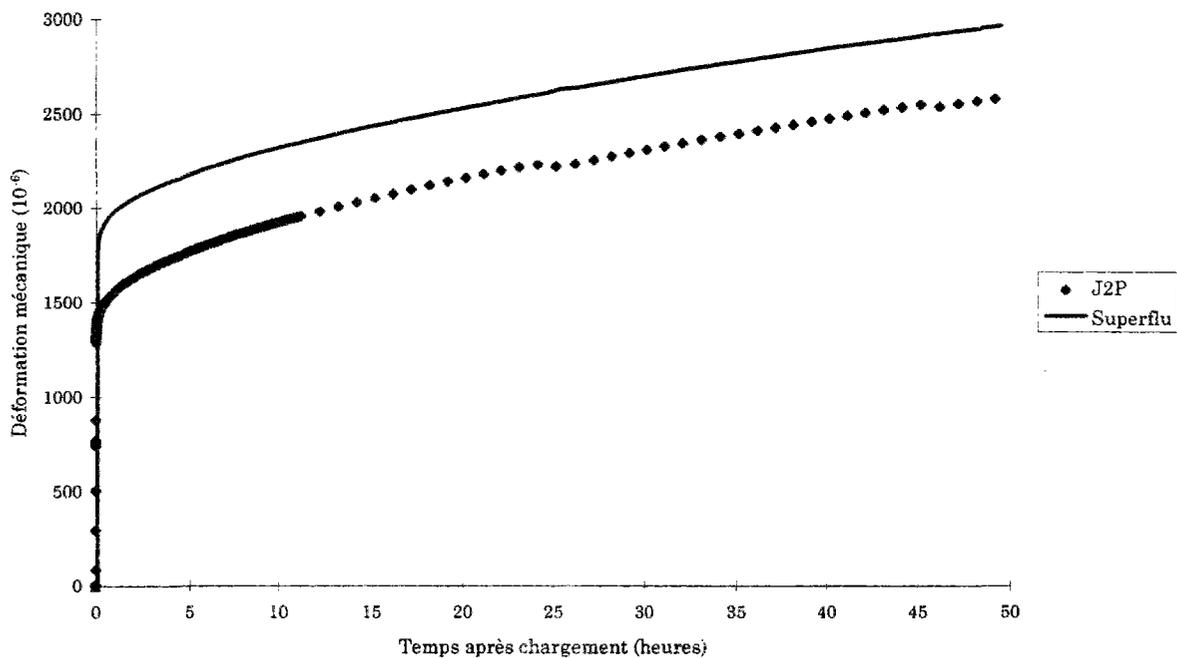


Figure II.4. Déformation mécanique
 ($\tau_c = 77$ jours ; $\sigma = 16$ MPa ; $\sigma/f_c(\tau_c) \approx 40\%$)

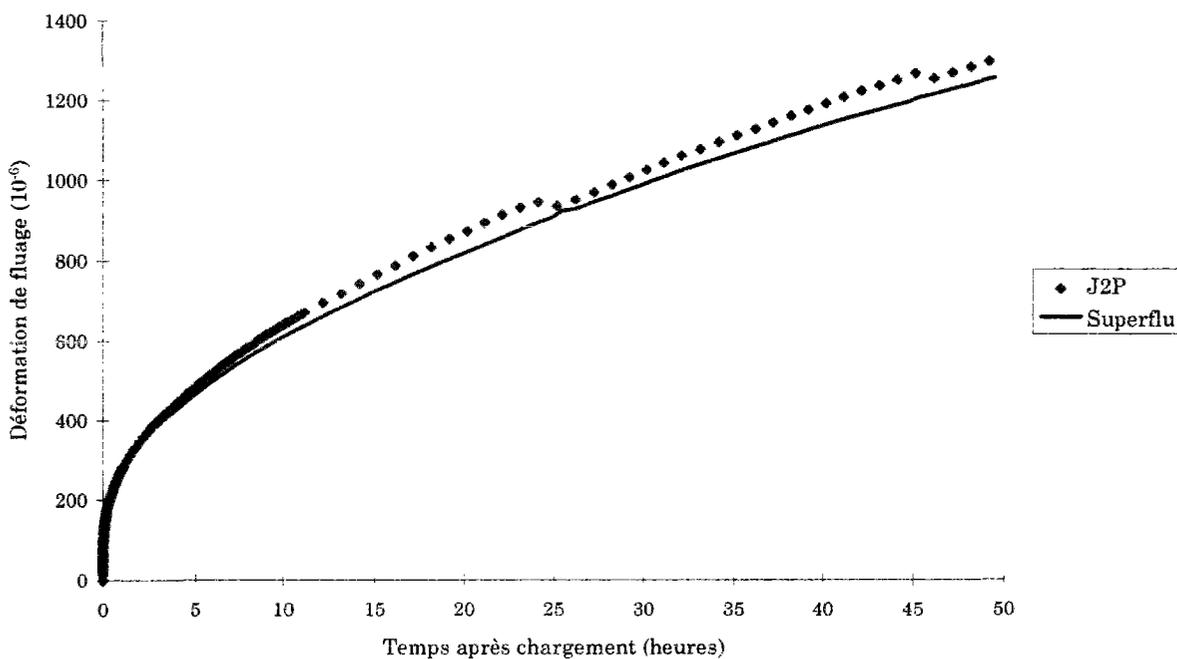


Figure II.5. Déformation de fluage
 ($\tau_c = 77$ jours ; $\sigma = 16$ MPa ; $\sigma/f_c(\tau_c) \approx 40\%$)

L'effet des interfaces entre le casque et la pâte de ciment est donc sensible sur les déformations totales : c'est à partir des mesures de module d'Young effectuées par

ailleurs que seront donc déduites les déformations élastiques aux âges de chargement et de déchargement considérés. Ceci est d'autant plus valable que les vitesses d'application de la contrainte (dans le cas des essais de module sur presse et dans le cas de l'essai de fluage) sont proches.

II.3.2 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Notre démarche expérimentale a été, globalement, de type heuristique. Les grandes lignes en étaient fixées par l'objectif de compréhension physique, à savoir celle de l'origine des déformations endogènes de fluage d'une pâte de ciment et de leur cinétique. Cela passait notamment par la prise en compte de l'effet de vieillessement par des chargements et des déchargements à différentes maturités, et pour différentes durées, et ce, dans le cadre de l'approche théorique évoquée dans le chapitre précédant, les directions en ont été cependant ajustées et modifiées, pas à pas, par les résultats que nous obtenions à chaque étape.

Les paramètres du programme expérimental sont résumés dans le tableau II.2.

La nomenclature adoptée concernant les différentes séries d'essais de retrait et de fluage est la suivante : le S de Série sera suivi du numéro de série, puis du numéro de l'éprouvette entre parenthèses. Les éprouvettes d'une même série sont issues d'une même gâchée et sont donc chargées à la même maturité (donc éventuellement avec un décalage correspondant, d'une éprouvette à l'autre, à celui de leurs coulages).

Les séries S1 et S2 visaient à déterminer la répétabilité et la dispersion intrinsèque à l'essai de fluage sur pâte de ciment. Ce sont deux séries d'essais réalisés pour deux maturités de chargement et deux durées de chargement différentes.

La série S3 visait à l'étude de la linéarité du fluage par rapport à la contrainte en particulier pour les basses contraintes (à la recherche d'un éventuel seuil inférieur en contrainte).

La série S4 a été rendue nécessaire par l'observation de pertes de masses sur les éprouvettes et d'une allure non monotone des courbes de retrait. Elle visait à étudier l'influence du type de protection contre les échanges hygrométriques avec le milieu ambiant. Dans le cas de cette série, le numéro de l'éprouvette sera suivi de la lettre « a » pour les éprouvettes qui seront protégées par application directe d'un film adhésif d'aluminium sur la pâte de ciment (en prenant soin de recouvrir également les embouts cylindriques des casques), de la lettre « m » pour les éprouvettes qui seront protégées de la façon habituelle (moule téflon maintenu en place ; fente protégée par aluminium adhésif).

La série S5 visait à imposer un historique de contrainte plus complexe (en créneaux), pour observer d'une part le comportement au rechargement, ainsi que pour comparer des valeurs de recouvrance et de fluage dont les maturités respectives de déchargement et de chargement coïncident.

Série	N° éprouvette	σ MPa	$\sigma / f_c(\tau_{c1})$ %	τ_{c1} jours	τ_{d1} jours	$\sigma / f_c(\tau_{c2})$ %	τ_{c2} jours	τ_{d2} jours
S1	6*,2,3,4,5	3,18	25	2	44			
S2	4*,1,2,3,5,6	4,77	25	3	39			
S3	5*							
	6	0,32	5	1	21			
	4	0,64	10	1	21			
	3	1,27	20	1	21			
	2	2,5	40	1	21			
S4	2a*,4m*							
	1a	11,46	25	44	72			
	3a	11,46	25	72	100			
	5m,6m	11,46	25	44	90			
S5	4*,5*							
	7,3	0,64	10	1	2	3,5	3	23
	6,8	1,28	20	1	2	7	3	23
	10	0,64	5	2	3	1,5	23	78

* désigne les éprouvettes « témoins » de retrait.

τ_c désigne la maturité au chargement, τ_d la maturité au déchargement.

En cas de rechargement, on conserve la même contrainte ($\sigma(\tau_{c1}) = \sigma(\tau_{c2}) = \sigma$).

Tableau II.2. Paramètres du programme expérimental

Pour les séries S1 à S4, nous ne disposions que de 5 bâtis (du type Wykeham Farrance) et de 6 paires de casques, ce qui nous a amenés à ne conserver qu'une seule éprouvette de retrait par série. Pour la série S5, nous avons utilisé 2 autres bâtis (du type M&O) et 4 paires de casques supplémentaires.

APARTÉ : GRANDEUR ET SERVITUDE DE L'OPÉRATRICE

Travailler sur pâte de ciment permet d'amplifier les phénomènes, en travaillant sur des corps d'épreuve et des équipements moins lourds.

Las ! la cinétique de développement des déformations n'en est pas pour autant réduite. Par ailleurs, les matériels d'essai développés étant plus « pointus » et de taille réduite, leur manipulation n'en est que plus délicate (et leur coût, du moins en période exploratoire ou probatoire, plus élevé). Il suffit d'évoquer les dégâts que peut engendrer la moindre goutte de pâte de ciment qui vient se placer dans un filetage un peu profond, dégâts en termes de grippage et par suite de défaut de rectitude des tiges de guidage !

Ces contraintes sur le plan expérimental sont encore accrues par la jeunesse du matériau sur lequel on travaille, très délicat à manipuler et très sensible aux variations de température et d'humidité relative, ainsi qu'au moindre petit choc.

Les éprouvettes S1(1), S3(1), S5(2), S5(9) ont soit présenté des défauts (bulle, fissure...) qui les rendaient impropres à l'utilisation, soit donné des résultats inexploitable du fait d'un défaut d'acquisition de données. Le déchet est assez important !

Concilier ceci avec les exigences de qualité, en termes de fiabilité et de répétabilité (nécessitant de procéder à un grand nombre d'essais en parallèle), auxquelles tout mode opératoire doit satisfaire, ne dépend pas uniquement de la volonté et du soin que l'opératrice a pu chercher à apporter...

CHAPITRE III.

PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS

III.1 ETAT D'HYDRATATION ET MICROSTRUCTURE

En parallèle aux essais mécaniques, nous avons souhaité obtenir quelques informations sur l'état d'hydratation et la microstructure de la pâte de ciment PO.

Degré d'hydratation

Nous avons procédé à une détermination, par des méthodes chimiques classiques, du degré d'hydratation de la pâte de ciment âgée de 24 heures et de 90 jours.

Pâte de ciment âgée de 24 heures

Trois prélèvements ont été réalisés sur une éprouvette :

1. Le premier a été broyé à la main et analysé immédiatement en diffraction des rayons X (DRX) : la rapidité d'action est ici essentielle, afin d'éviter que l'hydratation ne se poursuive pendant l'opération. On ne dose que la quantité résiduelle de C_3S anhydre à partir de l'intensité des pics correspondant aux raies caractéristiques de ce composé sur les spectres obtenus par DRX, ce qui donne accès par suite à une estimation du degré d'hydratation du C_3S . Le degré d'hydratation moyen du ciment est dès lors calculé comme étant la moyenne pondérée¹ des degrés d'hydratation de ses quatre constituants majeurs, en admettant qu'à 24 heures :

le C_2S et le C_4AF n'ont pas encore réagi ;

le C_3A et le gypse ont déjà réagi en totalité.

¹ par les fractions massiques respectives de ces composés, obtenues grâce à la formule de Bogue

Les deux échantillons suivants ont fait l'objet d'une analyse thermogravimétrique (ATG) après avoir subi respectivement deux types de séchage afin d'arrêter l'hydratation :

2. Le deuxième échantillon a été plongé dans l'acétone : les molécules d'eau encore disponibles sont échangées contre des molécules de solvant, qui sont censées ne pas réagir avec les hydrates de la pâte de ciment. Ce solvant est ensuite évacué.

3. Le troisième échantillon a été placé en étuve pendant 24 heures à 60°C.

Les résultats de l'analyse thermogravimétrique nous donnent accès, comme évoqué en I.1.1.5, à la quantité d'eau chimiquement liée, ici à l'âge de 24 heures. Par ailleurs, la quantité d'eau (théorique) nécessaire à l'hydratation complète du ciment considéré est égale à $E_{\chi}(\infty) = 22,95 \%$.

Les résultats sont consignés dans le tableau III.1 :

Echantillon	DRX	ATG
1	33 %	-
2	-	45 %
3	-	58 %

Tableau III.1. Estimation du degré d'hydratation de la pâte de ciment âgée de 24 heures

L'incertitude sur chacune des méthodes de détermination est très grande, du fait notamment des délais d'essais et des hypothèses émises sur la cinétique de réaction des différents composés ; la relative dispersion des résultats entre les différentes méthodes dès lors n'est pas choquante. De ceci, nous ne retiendrons qu'une estimation du degré d'hydratation du ciment, la valeur obtenue par DRX, $\alpha=33 \%$, étant sans doute la plus vraisemblable, la détermination de cette valeur n'est pas fondée sur la connaissance de l'état plus ou moins humide de l'échantillon au début de l'essai.

Pâte de ciment âgée de 90 jours

Nous avons également cherché à estimer le degré d'hydratation du ciment de la pâte âgée de 90 jours. Cette détermination a été pratiquée sur des échantillons de pâte provenant de deux éprouvettes âgées de 90 jours : l'une avait auparavant été suivie en retrait endogène ; l'autre avait été soumise à l'âge de 44 jours à une contrainte de 11,5 MPa (ce qui correspond à 25 % de sa résistance ultime à 44 jours) et a été déchargée à 90 jours. Ces échantillons ont été séchés par plongée dans l'acétone et ont été analysés par DRX et par ATG.

Dans le cas de l'exploitation des résultats de DRX, nous avons admis qu'à 90 jours :

le C_2S a réagi dans la même proportion que le C_3S

10 % du C_4AF a réagi ;

le C_3A et le gypse ont réagi en totalité.

Par ailleurs, le développement en cours au LCPC (au sein du service de physicochimie des matériaux) des techniques d'analyse d'image a été pour nous l'occasion d'avoir une estimation supplémentaire du degré d'hydratation. Sur ces images, la porosité apparaît

en noir, les grains encore anhydres en blanc et gris clair, et les produits d'hydratation correspondent aux autres nuances de gris.

Les résultats sont consignés dans le tableau III.2, dans lequel on rappelle les valeurs obtenues à 24 heures :

Maturité	DRX		ATG		Analyse image MEB	
1 jour	33 %		45-58 %		-	
90 jours	70 %	72 %	84 %	85 %	86,6 %* (0,4 %)	84,2 %* (7 %)
après un essai de	Retrait	Fluage	Retrait	Fluage	Retrait	Fluage

Tableau III.2. Estimation du degré d'hydratation du ciment

Dans ce tableau, les valeurs marquées par un astérisque sont obtenues à partir de l'analyse de 10 images relevées sur surface polie, à même grossissement et qui sont supposées être représentatives de la totalité de l'échantillon observé. Les valeurs entre parenthèses indiquent le coefficient de variation sur la valeur du degré d'hydratation : s'il n'y a pas de différence significative entre les degrés d'hydratation des deux échantillons, l'observation des images liées à l'échantillon venant de l'éprouvette ayant subi du fluage montre en revanche qu'il existe une très forte hétérogénéité du matériau sur une même section, ce qui rend la quantification difficile (cf. photos III.1 et III.2).

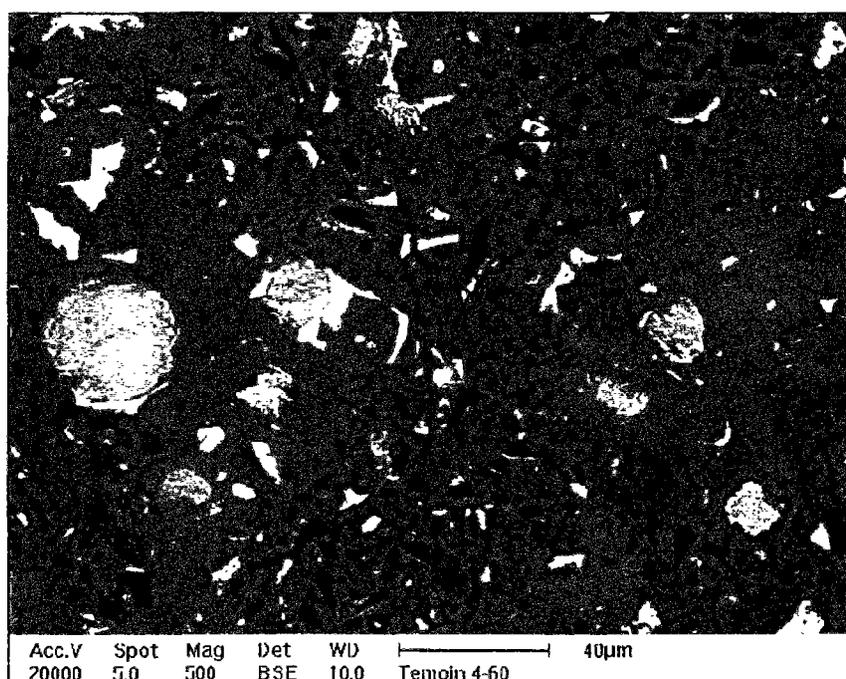


Photo III.1. Image obtenue au MEB par électrons rétrodiffusés (grossissement $\times 500$) sur la surface polie d'un échantillon prélevé sur une éprouvette de retrait en pâte PO âgée de 90 jours (imprégnation de résine, polissage et métallisation à l'or et au carbone)

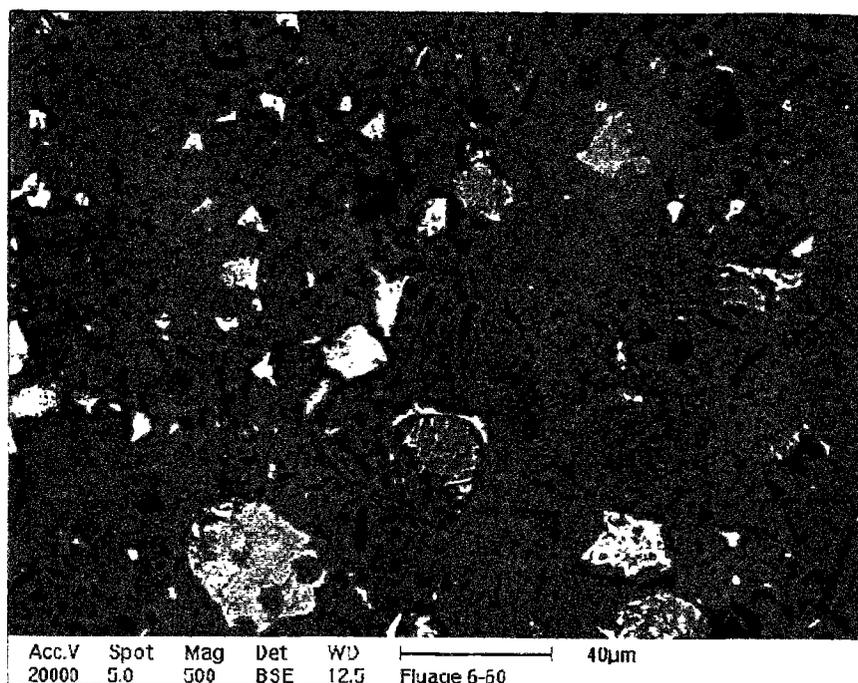


Photo III.2. Image obtenue au MEB par électrons rétrodiffusés (grossissement $\times 500$) sur la surface polie d'un échantillon prélevé sur une éprouvette de fluage en pâte PO âgée de 90 jours (imprégnation de résine, polissage et métallisation à l'or et au carbone)

Porosité

Ces mêmes échantillons, enfin, ont été analysés en porosimétrie au mercure (avec le porosimètre à mercure Carlo ERBA Porosimeter 2000 WS du LCPC), après avoir subi une cryosublimation de 48 h et avoir été placés en étuve à 45 °C. Les résultats sont les suivants :

	Retrait	Fluage
Porosité totale	24,11 %	24,58 %
Porosité par analyse d'images	14,54 % (10,4 %)	14,02 % (11,7 %)
Surface spécifique ($m^2.g^{-1}$)	23,91	23,53
Volume poreux total ($mm^3.g^{-1}$)	146,13	155,62
Rayon de pore moyen (Å)	160	220

Tableau III.3. Informations concernant la porosité du matériau

L'analyse d'images nous donne aussi une valeur de porosité, bien évidemment inférieure à celle obtenue par porosimétrie au mercure, puisque seul est permis le comptage des plus gros pores, dans la limite de résolution de la technique d'analyse d'image.

La courbe de distribution des tailles de pores est présentée en figure III.1 :

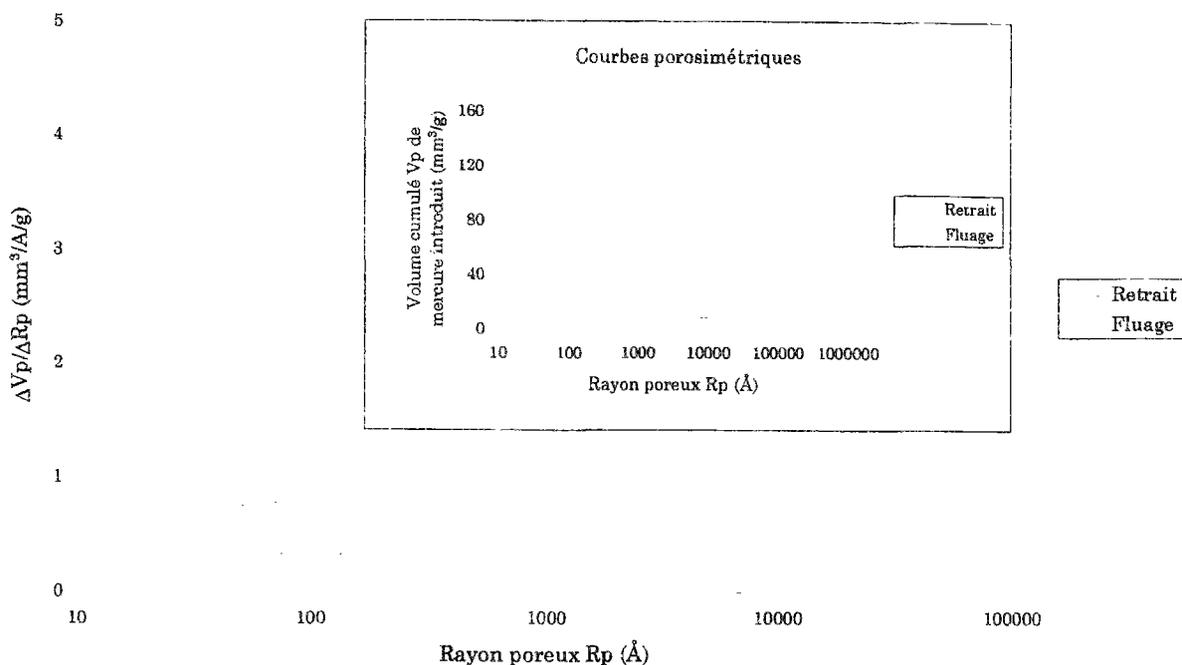


Figure III.1. Distributions poreuses obtenues par porosimétrie à mercure pour des échantillons prélevés sur des éprouvettes de retrait et de fluage en pâte de ciment PO, à l'âge de 90 jours

La différence entre les deux n'est pas significative. Cette distribution des rayons poreux n'est donnée qu'à titre indicatif. Rappelons ici que la porosimétrie au mercure ne donne accès qu'au diamètre d'entrée des pores qu'elle atteint : le volume réel des petits pores est donc surestimé (toute porosité non connectée, qui n'a de liaison qu'avec des pores plus petits, sera comptabilisée dans le volume correspondant aux plus gros de ces petits pores) et celui des gros pores sous-estimé ; par ailleurs, l'établissement de la distribution des rayons poreux repose sur l'hypothèse que les pores atteints sont cylindriques.

Microstructure

Voici quelques images de microscopie électronique à balayage obtenues par électrons secondaires sur des fractures fraîches, qui permettent de visualiser avec relief la minéralogie des matériaux. La détection associée des photons X permet la détermination des espèces chimiques en présence.

Globalement, l'observation comparative des deux échantillons nous amène à dire que :

1. on observe une microfissuration sur l'échantillon « retrait » (cf. photo III.3) que l'on n'observe pas sur l'échantillon « fluage » : l'application de la contrainte de compression pourrait en constituer l'explication.

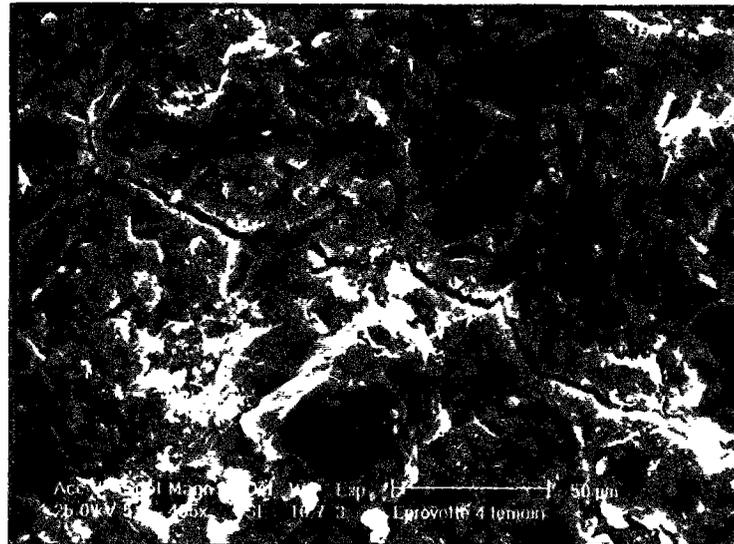


Photo III.3. Image obtenue au MEB par électrons secondaires (grossissement $\times 400$) sur fracture fraîche de l'échantillon « retrait » de pâte PO âgée de 90 jours (métallisation à l'or et au carbone)
Présence d'une microfissuration (largeur $2,4 \mu\text{m}$)

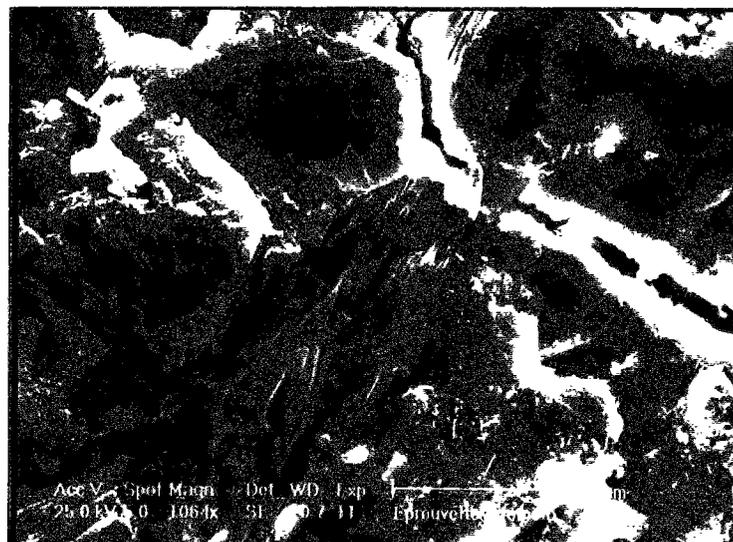


Photo III.4. Image obtenue au MEB par électrons secondaires (grossissement $\times 1000$) sur fracture fraîche de l'échantillon « retrait » de pâte PO âgée de 90 jours (métallisation à l'or et au carbone)
Microfissuration et cristaux de portlandite (quart inférieur gauche)

2. les cristaux de portlandite que l'on peut observer sur l'échantillon « retrait » (cf. photo III.4) sont clivés et lisses, en plaquettes bien orientées, tout comme ils le sont dans le cas de l'échantillon « fluage » (cf. photo III.5), pour lequel ils ne présentent a priori pas de faciès de dissolution (ce qui ne va pas dans le sens d'un mécanisme de pression-dissolution, mécanisme qui serait induit par l'application de la contrainte macroscopique) ; on les retrouve essentiellement aux abords des silicates anhydres, alors que les produits hydratés en sont plus éloignés.

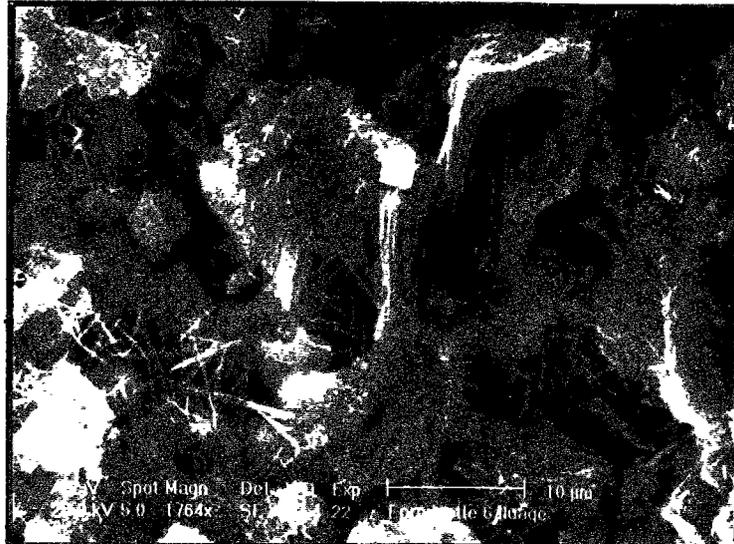


Photo III.5. Image obtenue au MEB par électrons secondaires (grossissement $\times 1700$) sur fracture fraîche de l'échantillon « fluage » de pâte PO âgée de 90 jours (métallisation à l'or et au carbone)
Cristaux de portlandite et aiguilles d'ettringite



Photo III.6. Image obtenue au MEB par électrons secondaires (grossissement $\times 5000$) sur fracture fraîche de l'échantillon « fluage » de pâte PO âgée de 90 jours (métallisation à l'or et au carbone)
Détail des cristaux de portlandite

3. On remarque la présence d'ettringite, sous forme d'aiguilles caractéristiques, sur les deux échantillons (cf. photos III.5 et III.6) ; mais une observation générale semble montrer qu'il y en a, dans l'échantillon « fluage », beaucoup moins que dans l'échantillon « retrait » : peut-être celle-ci dispose-t-elle, en cours de fluage, de moins d'espace pour se développer.

4. la pâte de l'échantillon « fluage » semble plus floconneuse que celle de la pâte de l'échantillon « retrait » (cf. photos III.7 et III.8).

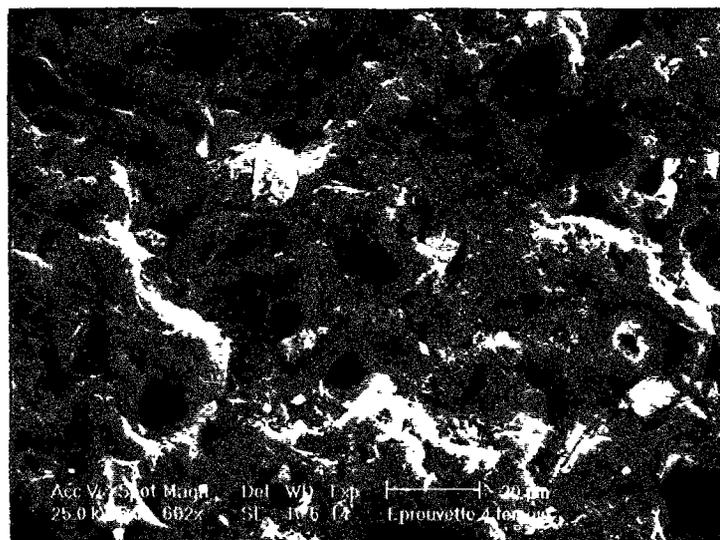


Photo III.7. Image obtenue au MEB par électrons secondaires (grossissement $\times 600$) sur fracture fraîche de l'échantillon « retrait » de pâte PO âgée de 90 jours (métallisation à l'or et au carbone)
Aspect général de la pâte

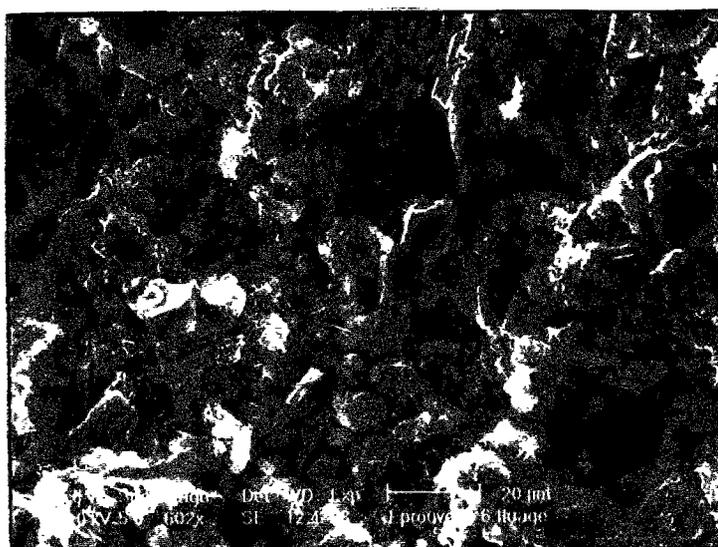


Photo III.8. Image obtenue au MEB par électrons secondaires (grossissement $\times 600$) sur fracture fraîche de l'échantillon « fluage » de pâte PO âgée de 90 jours (métallisation à l'or et au carbone)
Aspect général de la pâte

Exothermie

Elle a été déterminée sur la pâte de ciment PO à partir d'un essai effectué dans un calorimètre adiabatique. Une éprouvette est placée dans un caisson dont la température est maintenue, pendant toute la durée de l'essai, égale à celle du matériau. On enregistre en fonction du temps la courbe de température de cet échantillon.

La pâte de ciment PO ne contenant que du ciment et de l'eau, on peut s'attendre à ce que l'exothermie soit très importante. Afin de limiter le risque de dépassement de la température admissible par l'appareillage, nous avons pratiqué l'essai sur un mortier

normal, ce qui suppose d'admettre que la nature du sable n'a, en dehors de sa chaleur spécifique, qu'une influence négligeable sur le dégagement de chaleur lié à la réaction d'hydratation du ciment.

L'évolution de la température adiabatique T^{ad} enregistrée en temps réel est présentée en figure III.2. Au bout de 7 jours, l'élévation de température a été d'environ 40°C pour une température initiale du matériau égale à $T_0 = 20,8^{\circ}\text{C}$. La température asymptotique $T^{ad}(\infty)$, déduite par extrapolation, est égale à 63°C .

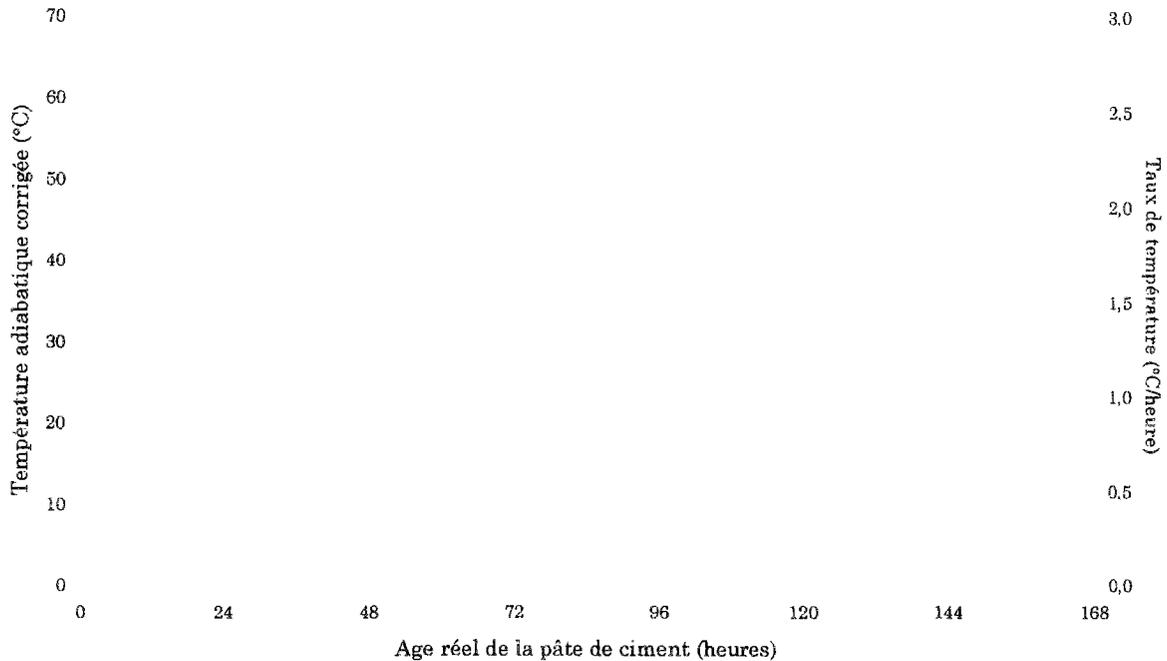


Figure III.2. Evolution de la température en conditions adiabatiques et du taux de température en fonction de l'âge réel de la pâte de ciment PO

En termes d'amplitude, la chaleur totale (par extrapolation à l'infini de la courbe de température adiabatique), produite par l'hydratation du ciment, est égale à 374 Joules par gramme de ciment.

Exprimer ces résultats en fonction de la maturité (ou du temps équivalent à 20°C) nécessite de connaître, dans la gamme de température considérée, l'énergie d'activation de la réaction d'hydratation spécifique au matériau concerné. A maturité égale, la chaleur produite doit être a priori la même quel que soit l'historique de température subi par le matériau. Nous avons choisi d'enregistrer l'évolution de la température cette fois-ci dans des conditions quasi-adiabatiques, par un essai dit à la bouteille de Langavant (cf. figure III.3).

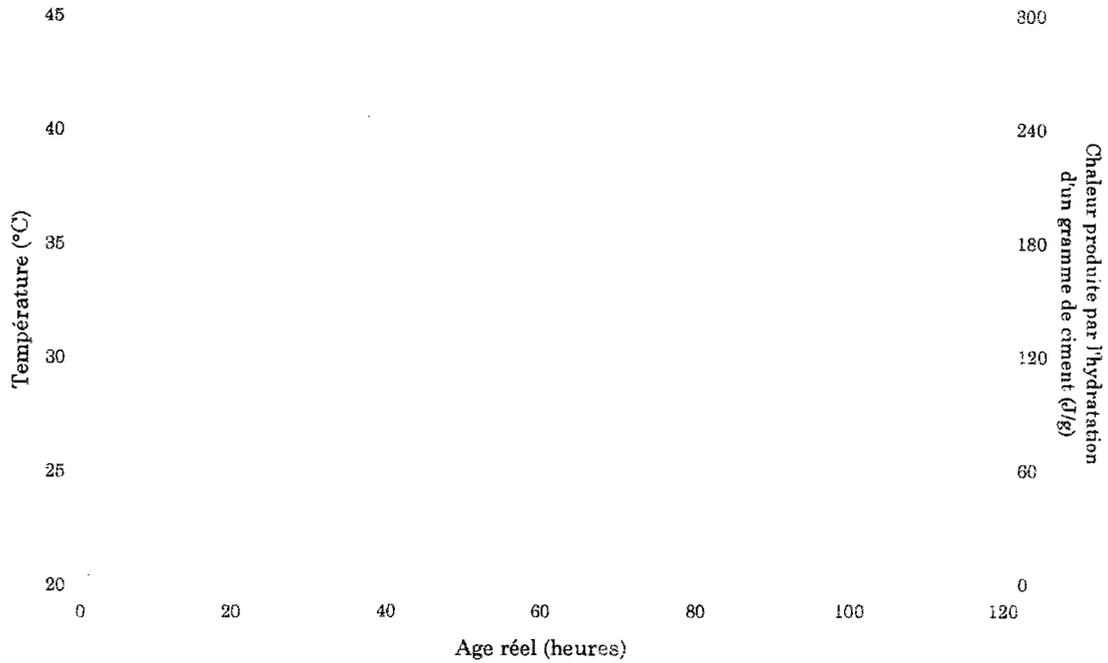


Figure III.3. Evolution de la température et de la chaleur produite dans l'essai à la bouteille de Langavant, exprimées en fonction de l'âge réel

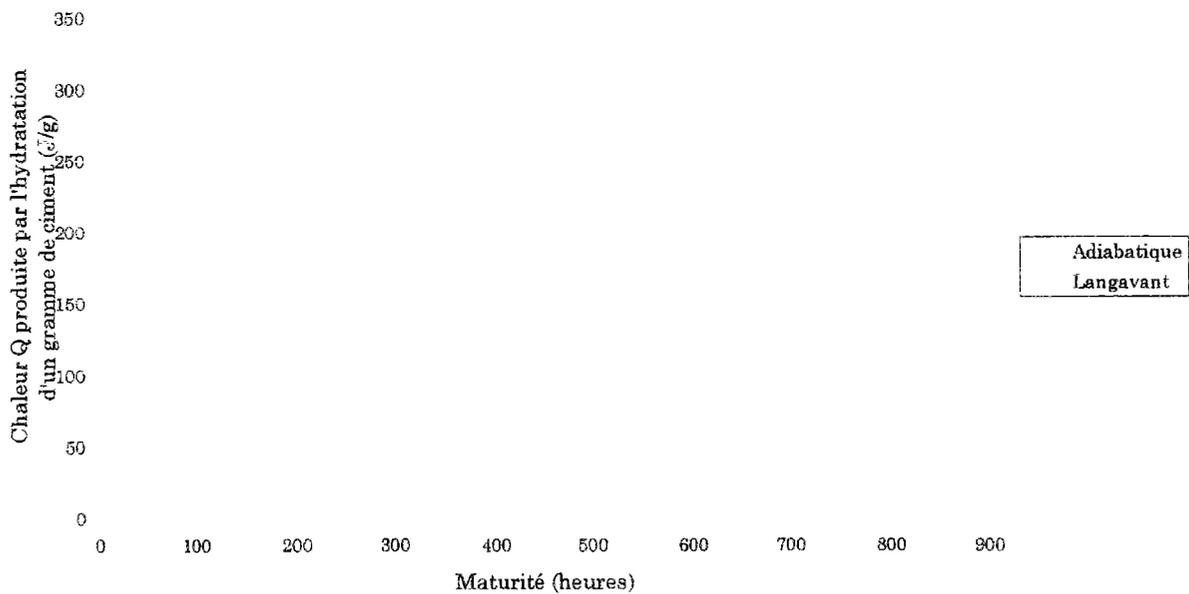


Figure III.4. Chaleur produite par l'hydratation du ciment en fonction de la maturité

La superposition des courbes (cf. figure III.4) de chaleur dégagée, respectivement, dans l'essai adiabatique et l'essai à la bouteille de Langavant, est obtenue, en temps

équivalent, pour une énergie d'activation, prise constante, telle que $\frac{E_a}{R} \approx 4500$ K. Cette méthode d'identification constitue une détermination expérimentale de l'énergie d'activation d'un ciment.

III.2 RÉSISTANCE EN COMPRESSION ET MODULE D'YOUNG

III.2.1 RÉSISTANCE EN COMPRESSION

Les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau III.4 et sur la figure III.5.

Maturité jours	Nombre d'éprouvettes testées	Valeur moyenne MPa	Ecart-type MPa
1	3	7,48	2,85
3	4	18,56	0,63
7	4	20,98	1,33
11	1	31,09*	-
13	1	32,95	-
15	3	30,24	2,94
28	3	36,51	1,44
42	1	46,27*	-

Tableau III.4. Résistances en compression moyennes $f_c(\mu)$

Le coefficient de variation sur la résistance en compression, moyenné sur l'ensemble des échéances, est égal à 8 %. Nous considérerons ce coefficient comme étant le témoin de la variabilité, du fait du malaxage et de la mise en place, du matériau d'une éprouvette à l'autre.

Nous adopterons par la suite l'ajustement de ces résultats expérimentaux (les valeurs isolées, marquées d'un astérisque, ne sont pas prises en compte) par une fonction du type :

$$f_c(\mu) = f_c(\infty) \frac{\mu^a}{\mu^a + b} \dots\dots\dots (III.1)$$

où $f_c(\mu)$ désigne la résistance en compression (en MPa) pour la maturité μ (en jours) et $f_c(\infty)$ sa valeur asymptotique, avec $f_c(\infty) = 62,61$ MPa, $a = 0,63$ et $b = 5,97$ jours.

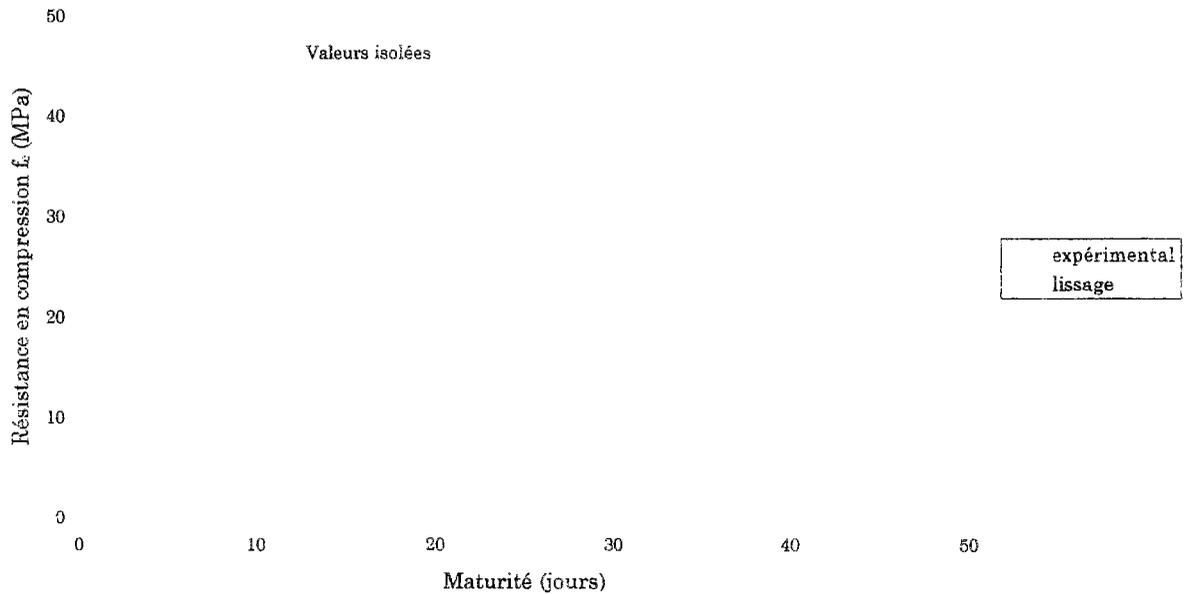


Figure III.5. Evolution de la résistance en compression moyenne
Les moyennes sont affectées d'un intervalle de confiance au niveau de probabilité 95 %

Cette évolution est telle que la pâte a atteint 50 % de la valeur asymptotique de sa résistance en compression pour une maturité égale à environ 17 jours.

III.2.2 MODULE D'YOUNG

Les résultats expérimentaux sont consignés dans le tableau III.5 et sur la figure III.6.

Maturité jours	Nombre d'éprouvettes testées	Valeur moyenne GPa	Ecart-type GPa
1	3	3,31	0,95
3	3	7,65	0,10
7	3	9,22	0,54
13	1	10,05*	-
15	2	10,82	1,21
28	2	11,65	0,08
42	1	12,23*	-

Tableau III.5. Module d'Young

Le coefficient de variation sur le module d'Young, moyenné sur l'ensemble des échéances, est égal à environ 9 %. Ce coefficient est un indice de dispersion sur la mesure des déformations élastiques.

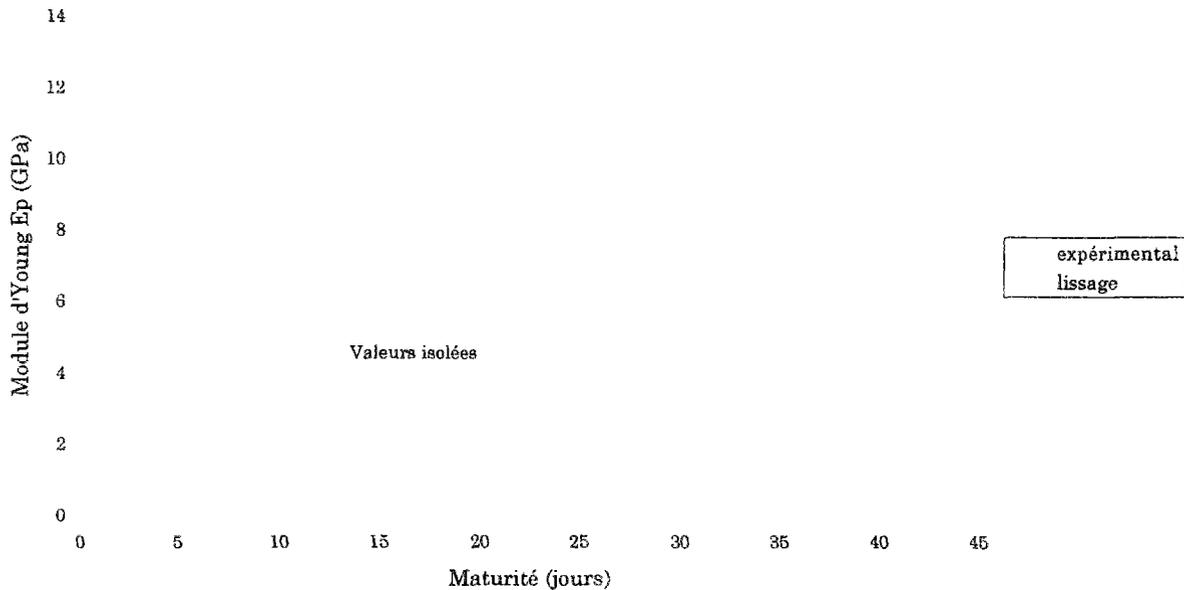


Figure III.6. Evolution du module d'Young moyen
Les moyennes sont affectées d'un intervalle de confiance au niveau de probabilité 95 %

Nous adopterons par la suite l'ajustement de ces résultats expérimentaux par une fonction du type :

$$E_p(\mu) = E_p(\infty) \frac{\mu}{\mu + c} \dots\dots\dots (III.2)$$

où $E_p(\mu)$ désigne le module d'Young (en GPa) pour la maturité μ (en jours) et $E_p(\infty)$ sa valeur asymptotique, avec $E_p(\infty) = 12,58$ GPa et $c = 2,34$ jours.

Lorsque la pâte atteint seulement 50 % de la valeur asymptotique de sa résistance en compression, elle a déjà développé quasiment 90 % de la valeur asymptotique de son module.

III.2.3 MODULE D'YOUNG VERSUS RÉSISTANCE EN COMPRESSION

Comme le montre la figure III.7, l'évolution du module d'Young peut être considérée comme linéaire en fonction de la résistance en compression, au moins pour les maturités inférieures à 28 jours, évolution comparable aux données de la littérature (cf. figure I.7). Au-delà, on peut constater une stabilisation du module alors que la résistance en compression augmente encore.

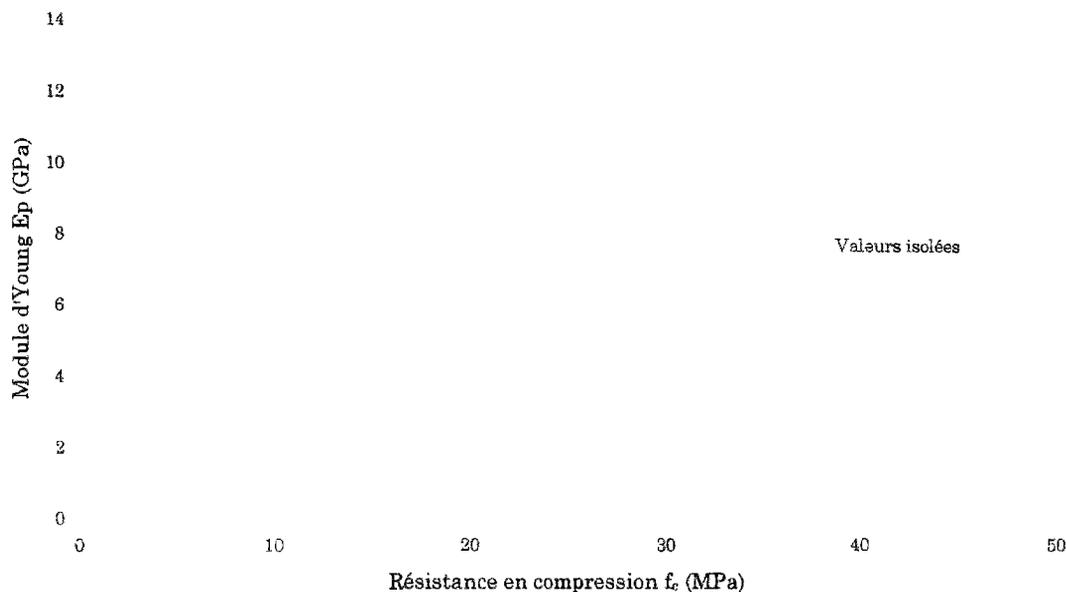


Figure III.7. Module d'Young moyen en fonction de la résistance en compression moyenne
Les moyennes sont affectées d'un intervalle de confiance au niveau de probabilité 95 %

III.3 ESSAIS DE RETRAIT ET DE FLUAGE SUR PÂTE DE CIMENT

III.3.1 RÉSULTATS DE RETRAIT

Nous avons rassemblé les résultats bruts de retrait, issus des différentes séries S1 à S5, sur la figure III.8. Les déformations de retrait sont prises positives dans le sens d'un raccourcissement.

Ces courbes brutes de retrait présentent un départ en gonflement après que les aléas dus à la manipulation des équipements se sont stabilisés ; la valeur de ce gonflement reste inférieure à $40 \cdot 10^{-6}$, ce qui correspond à un déplacement de 4 micromètres. La durée de ce gonflement, de l'ordre de 4 ± 2 jours selon la série, paraît trop longue pour que celui-ci puisse être attribué à un phénomène chimique, en clair au gonflement

ettringitique, ceci d'autant que le ciment employé contient un pourcentage très faible de C_3A (inférieur à 1 %) et que, par ailleurs, du fait du rapport E/C élevé, il n'y a pas de raison que la croissance cristalline soit gênée au sein du squelette poreux. La question reste ici ouverte.

Nous ne considérerons par la suite que le retrait réduit, initialisé, pour chaque courbe, à partir du moment où le gonflement est terminé (cf. figure III.9), nous privant ainsi malheureusement d'une part importante, en termes à la fois quantitatifs et qualitatifs, de la courbe de retrait.

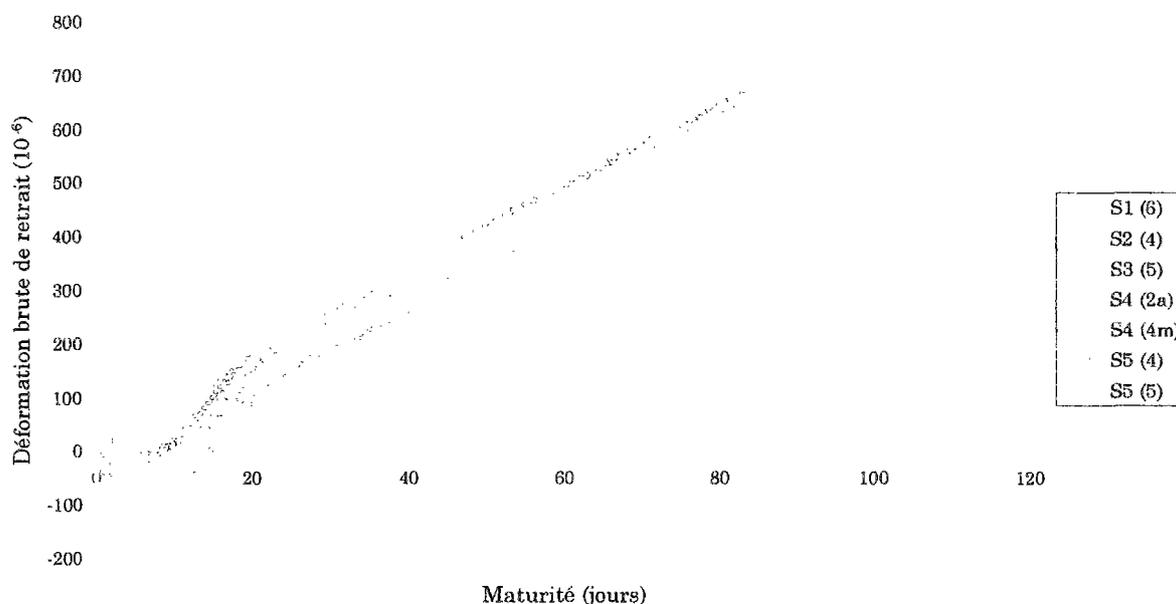


Figure III.8. Résultats de retrait bruts

Les courbes obtenues sont cohérentes, relativement en phase ; le décalage temporel qui subsiste est dû à l'interpolation qui est faite des abscisses d'initialisation et pourrait sans doute être affiné.

Au delà d'une maturité de l'ordre de 40 jours, on peut remarquer un changement de pente assez marqué, qui débouche sur une évolution de pente constante. Cette observation nous a rapidement amenés à nous poser des questions sur l'efficacité du système de protection contre la dessiccation.

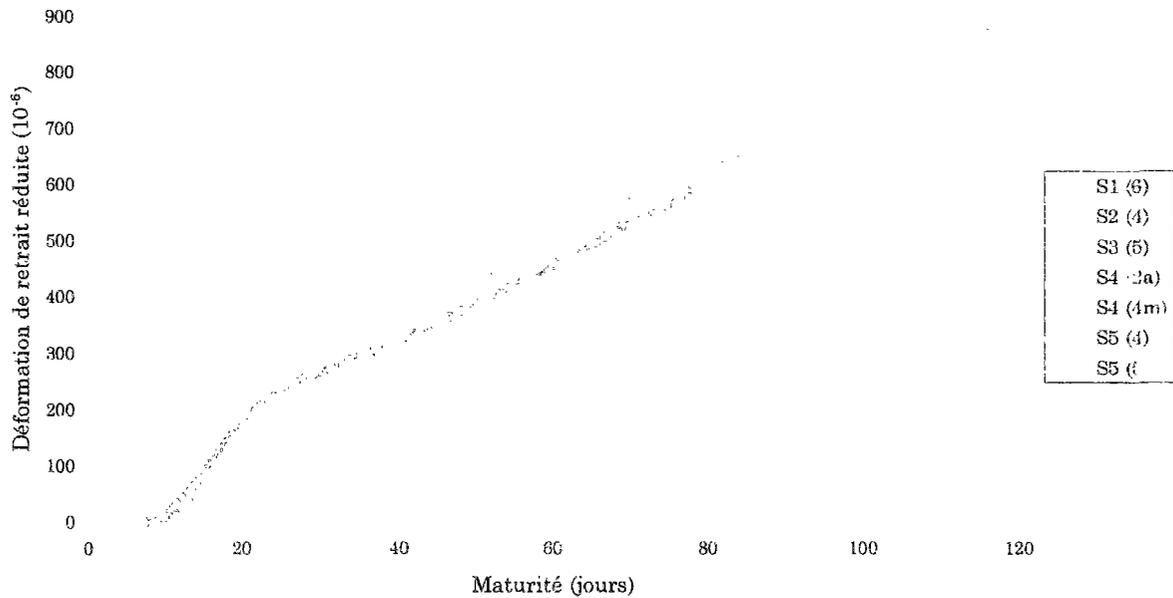


Figure III.9. Résultats de retrait réduit

Nous reviendrons plus en détails sur ce problème.

III.3.2 RÉSULTATS DE FLUAGE

Rappelons ici les définitions et conventions adoptées (on se reportera à I.2.1) :

1. La déformation mécanique représente la déformation totale dont on a soustrait la déformation de retrait écoulée pendant le même laps de temps ; rapportée à la contrainte appliquée, on obtient la complaisance de fluage J ;
2. La déformation de fluage représente la déformation mécanique dont on a soustrait la déformation élastique initiale ; rapportée à la contrainte appliquée, on obtient la déformation de fluage spécifique définie par :

$$\varepsilon_s^{fl}(t, \tau) = J(t, \tau) - \frac{1}{E(\tau)} \dots \dots \dots (III.3)$$

3. La déformation visqueuse représente la déformation mécanique dont on a soustrait la déformation élastique actuelle ; rapportée à la contrainte appliquée, on obtient la déformation de fluage spécifique définie par :

$$\varepsilon_s^v(t, \tau) = J(t, \tau) - \frac{1}{E(t)} \dots\dots\dots (III.4)$$

La contrainte de compression est prise positive. La déformation est prise positive dans le sens d'un raccourcissement ; sauf précision, ce sera le cas dans tout ce mémoire.

III.3.2.1 ETUDE DE LA RÉPÉTABILITÉ DE L'ESSAI (SÉRIE S2)

Il convient de quantifier, ou du moins d'estimer, la dispersion intrinsèque à cet essai, liée à la répétabilité de la mesure. C'est dans cette optique qu'a été réalisée la série S2.

Nous avons initialement prévu de mettre en charge, sur des bâtis indépendants, au même âge (i.e. 3 jours), sous la même contrainte ($\sigma = 4,77$ MPa, ce qui correspond à 25 % de la charge ultime à 3 jours), 5 éprouvettes, issues de la même gâchée, ayant subi les mêmes traitements préalables contre le ressuage et la dessiccation (une seule et même éprouvette de retrait a été associée à l'ensemble des essais de fluage). A l'issue de ces préparations, seulement 4 éprouvettes étaient utilisables, rendant toute exploitation statistique encore plus limitée ; insistons donc une fois encore sur le fait que nous ne donnerons qu'une estimation de la dispersion.

La procédure générale d'exploitation des données a donc été la suivante :

Détermination de la moyenne des courbes - elle est obtenue directement à partir des résultats expérimentaux. Il faut cependant rappeler que l'acquisition des données est ici effectuée en fonction du dépassement d'un seuil de déformation (10.10^{-6} en l'occurrence) et que de ce fait les données d'une éprouvette à l'autre ne sont pas synchrones : le calcul de la moyenne \bar{x} de l'échantillon de mesures de fluage disponibles (cette moyenne est une estimation de la moyenne m de la population) est donc effectué par pas de temps, à partir d'une linéarisation des résultats, selon :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \dots\dots\dots (III.5)$$

Caractérisation de la dispersion de l'essai - En faisant l'hypothèse qu'à chaque pas de temps, la déformation mesurée suit une loi gaussienne, on peut en estimer l'écart-type σ à partir de l'écart-type s (ou la variance s^2) de notre échantillon selon :

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1} \dots\dots\dots (III.6)$$

Il est dès lors possible de déduire un intervalle de confiance, que nous choisirons bilatéral, de la moyenne m au seuil de probabilité $1 - \alpha = 90\%$, tel qu'il y ait

approximativement 10 chances sur 100 de trouver, dans les conditions citées, une mesure de fluage hors de cet intervalle. Le nombre d'essais n étant ici petit, l'intervalle de confiance est déterminé à partir de la table de Student selon :

$$\bar{x} - t_{(n-1; 1-\frac{\alpha}{2})} \frac{s}{n^{0,5}} < m < \bar{x} + t_{(n-1; 1-\frac{\alpha}{2})} \frac{s}{n^{0,5}} \dots\dots\dots (III.7)$$

où $t_{(n-1; 1-\frac{\alpha}{2})}$ est la variable de Student lue dans la table pour $(n-1)$ degrés de liberté, au seuil de probabilité $1 - \frac{\alpha}{2}$.

C'est cet intervalle de confiance qui qualifie la répétabilité de l'essai, par la quantification de la valeur au-dessous de laquelle est située avec une probabilité spécifiée la valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels obtenus dans les mêmes conditions (opérateur, appareil, laboratoire et dans un court intervalle de temps). Nous préférons cependant raisonner en termes de coefficient de variation (i.e. rapport écart-type estimé / moyenne estimée).

Les résultats de déformation mécanique de la série S2 sont présentés sur la figure III.10 et ceux de déformation de fluage sur la figure III.11.

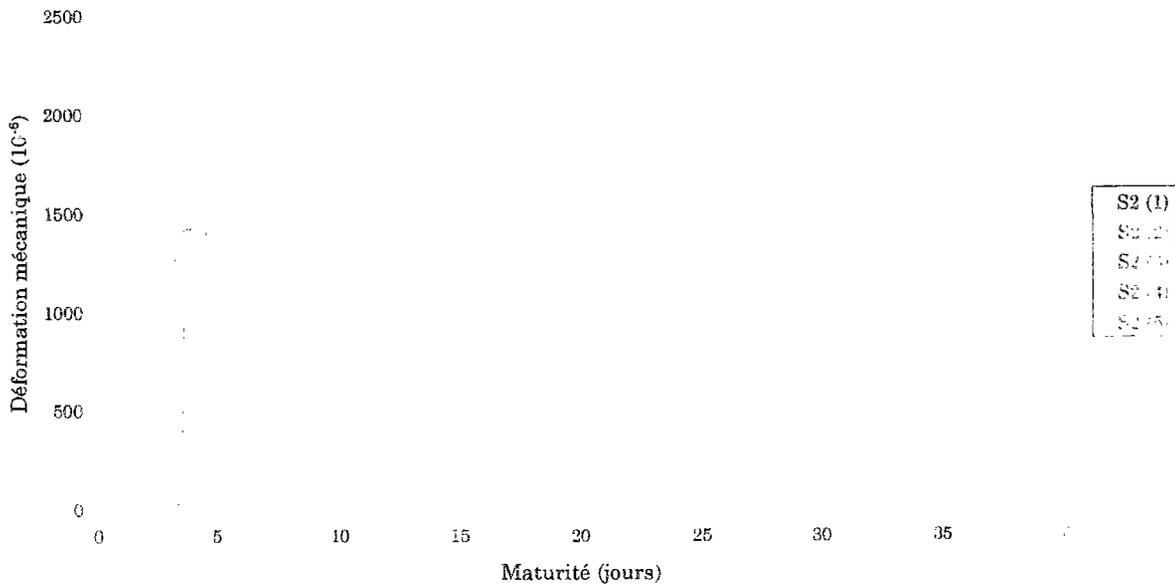


Figure III.10. Déformation mécanique en fonction de la maturité (série S2)

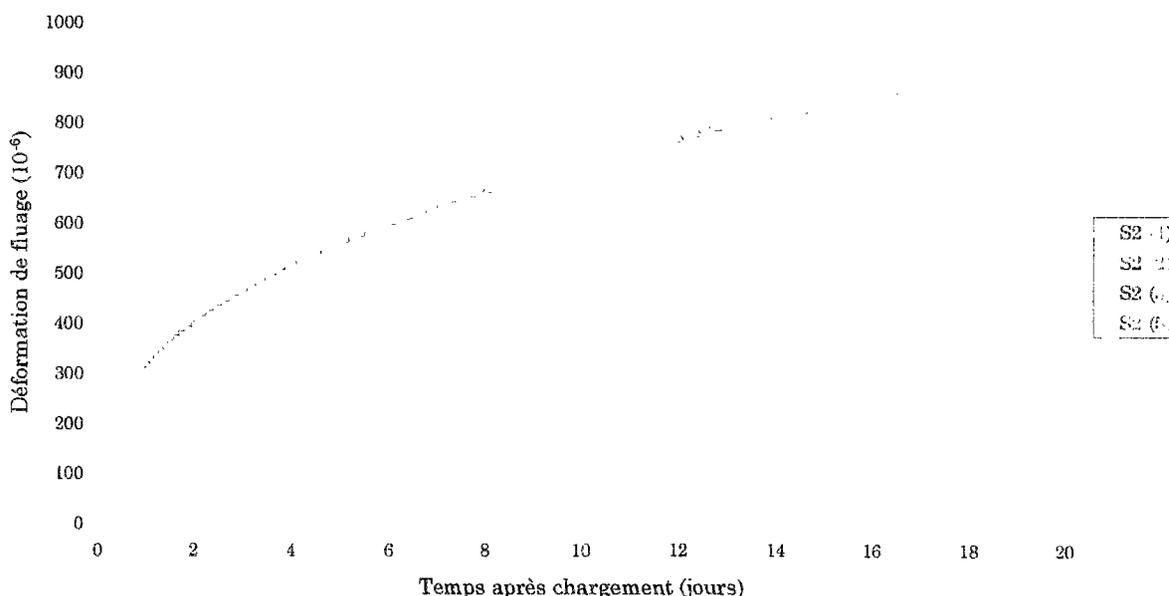


Figure III.11. Déformation de fluage en fonction de la durée du chargement (série S2)

Les résultats S2 (4) et S2 (2) présentent une anomalie (respectivement dès le chargement et après trois jours de chargement) : on a pu constater que, dans chacun des cas, l'un des capteurs de mesure est venu en butée à sa valeur maximale (ce qui est probablement dû à un mauvais serrage des vis de maintien des capteurs, dont le positionnement a été perturbé par la mise en charge) ; on a dès lors une stabilisation apparente de la déformation mesurée.

Les résultats S2 (1), S2 (3) et S2 (5) sont exploitables jusqu'à environ 18 jours de chargement². On peut remarquer que les trois courbes s'écartent les unes des autres sur les 7 premiers jours de chargement ; leur écart mutuel est stabilisé par la suite.

L'analyse de la dispersion est illustrée sur la figure III.12. Le niveau de confiance³ sur la moyenne au seuil de 90 % se stabilise aux alentours de $55 \cdot 10^{-6}$, ce qui représente un pourcentage de la moyenne finale enregistrée d'environ 6 %.

Si l'on raisonne en termes de coefficient de variation (CV), celui-ci diminue rapidement après le chargement pour se stabiliser aux environs de 5 %.

² L'absence d'enregistrement entre 8 et 12 jours est due à une coupure de courant, qui n'affecte en rien la reprise des mesures par la suite.

³ égal au demi-intervalle de confiance bilatéral

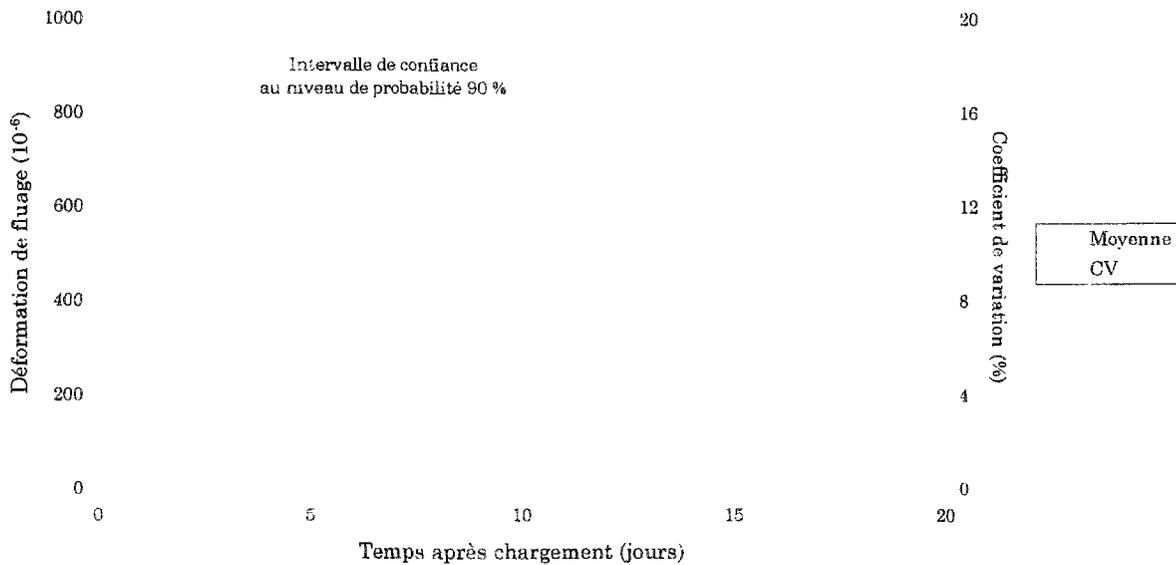


Figure III.12. Exploitation statistique des résultats de mesures de fluage

Avec un raisonnement du même type, nous pouvons estimer la dispersion des résultats de retrait, ce qui entre ici dans le cadre de l'étude de la reproductibilité. Il est possible d'exploiter 6 résultats sur une période allant jusqu'à environ 75 jours après initialisation du retrait (S1 (4), S2 (4), S4 (2a), S4 (4m), S5 (4) et S5 (5)).

Les résultats de l'analyse statistique sont représentés sur la figure III.13, en termes de moyenne et d'intervalle de confiance sur la moyenne au seuil de probabilité $1 - \alpha = 90 \%$.

Le niveau de confiance au seuil de probabilité 90 %, obtenu sur le retrait, se stabilise aux alentours de $50 \cdot 10^{-6}$, ce qui représente un pourcentage de la moyenne finale enregistrée d'environ 7,5 %. Il est à remarquer que la valeur de ce niveau de confiance est doublée entre 30 et 70 jours après initialisation du retrait, période qui correspond au changement de pente évoqué plus haut.

Si l'on raisonne en termes de coefficient de variation, celui-ci diminue rapidement, pour se stabiliser aux environs de 8 %. Il est à noter que ce coefficient de variation sur le retrait intègre les variations de retrait induites par la différence de gâchée entre les éprouvettes.

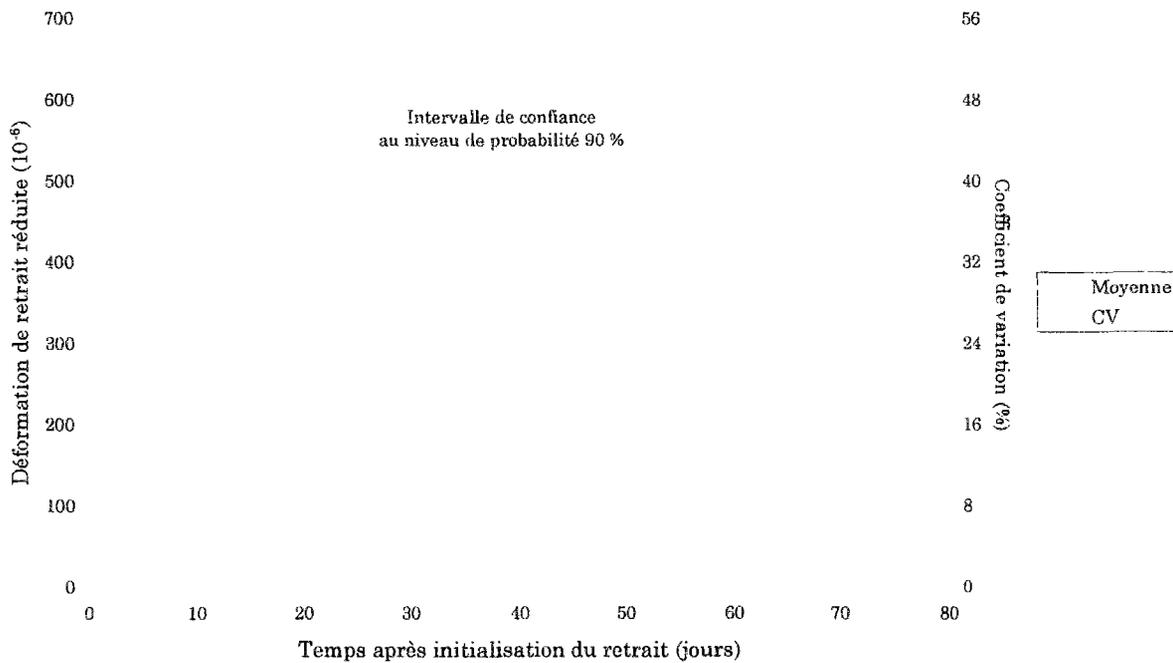


Figure III.13. Exploitation statistique des résultats de mesures de retrait

De cette analyse, il ressort que le résultat S5 (5), qui, globalement, ne représente, à tout instant, que 40 % de la valeur de retrait donnée par les autres éprouvettes, est aberrant. Nous verrons cependant par la suite qu'il faut, à cet égard, rester prudent.

Commentaires

L'incertitude totale sur la mesure, représentée par l'intervalle de confiance, intègre les incertitudes attachées aux différentes sources de variabilité, parmi lesquelles sont à distinguer celles qui sont intrinsèques au matériau de celles qui sont liées à l'environnement et accessibles extérieurement.

L'incertitude « environnementale » est liée en particulier aux incertitudes suivantes :

sur l'électronique : la sensibilité des capteurs utilisés permet d'obtenir une précision de $10 \cdot 10^{-6}$ sur la mesure de la déformation.

sur l'interpolation des valeurs de fluage à chaque pas de temps, ainsi que sur l'interpolation de l'abscisse temporelle de démarrage du fluage (ou, ce qui revient au même, de l'instant de fin de déformation élastique initiale).

sur la valeur de la contrainte appliquée : cette incertitude est liée à l'incertitude sur les masses, sur le centrage de l'effort et la valeur du bras de levier du bâti, ainsi que sur la valeur de la section de l'éprouvette. On peut admettre ici une incertitude de l'ordre de 2 %. On a déjà dit que la flexion enregistrée était négligeable.

sur la longueur de base : toute manipulation des éprouvettes équipées étant délicates, la longueur de base n'a pas été mesurée systématiquement ; on peut estimer cependant l'incertitude sur cette longueur de base inférieure à 1 %.

sur l'étanchéité du système : sur une période d'essai courte, le moule téflon et l'aluminium adhésif assurent une bonne protection, et la variabilité induite par le séchage éventuel est négligeable. En revanche, nous verrons plus loin que la variabilité à long terme sur l'étanchéité du système n'est pas négligeable, quantifiée par les pertes de masse relatives constatées ; a priori, ceci affecte surtout les résultats de retrait et ce, d'autant plus que le réglage manuel de l'humidité relative de la salle n'a pas permis d'en éviter la variabilité, sur toute la durée, assez longue, des essais.

sur la manipulation : une manipulation précautionneuse se doit de réduire significativement cette incertitude ; la quantifier est bien sûr délicat.

La variabilité intrinsèque au matériau est, elle, liée essentiellement à :

la variabilité de composition (due au mode de fabrication) : nous avons déjà évoqué les précautions prises pour l'homogénéisation pendant le malaxage, le coulage et la période de prise ; nous avons cependant obtenu une variabilité assez forte sur la résistance en compression (coefficient de variation, en valeur moyenne sur toutes les échéances, de 8 %). Cette variabilité est déjà sensible pour les éprouvettes d'une même gâchée (et influe donc sur la dispersion des mesures de fluage) ; elle l'est plus encore sur les éprouvettes provenant de gâchées différentes (cas de la reproductibilité du retrait).

la variabilité sur le fluage : elle est due au caractère aléatoire des incréments de fluage et ce, d'autant plus que le matériau est jeune et en cours de structuration au moment du chargement.

Vu le faible nombre des essais qui constituent notre échantillon, cette étude de la répétabilité n'a d'autre prétention que de donner une tendance sur la précision des mesures⁴. La dispersion des mesures se révèle finalement relativement faible et, en tout cas, comparable aux plages de variation que l'on peut obtenir sur d'autres propriétés physiques (la résistance en compression par exemple). L'étude de la répétabilité des mesures de fluage n'a porté que sur un âge de chargement donné : eu égard à la jeunesse du matériau au moment du chargement, on pourra considérer, pour tout âge de chargement, un coefficient de variation de 10 % (de l'ordre de ce qui est habituellement admis pour les matériaux cimentaires) comme étant une borne supérieure.

III.3.3 LINÉARITÉ DU FLUAGE PAR RAPPORT À LA CONTRAINTE (SÉRIE S3)

Quatre éprouvettes issues d'une même gâchée, associées à une même et unique éprouvette de retrait, ont été chargées à l'âge de 1 jour, respectivement à environ 5, 10, 20 et 40 % de la charge ultime atteinte à cette échéance.

Les résultats exprimés en termes de déformation mécanique sont présentés en figure III.14, ceux exprimés en termes de déformation de fluage en figure III.15 et ceux exprimés en termes de déformation de fluage spécifique en figure III.16.

⁴ En particulier, nous disposons de trop peu d'informations pour pouvoir déterminer un intervalle de confiance sur la moyenne des déformations visqueuses (nouvelle variable aléatoire, qui est la différence de la variable aléatoire « déformation de fluage » et de l'inverse de la variable aléatoire « module d'Young »).

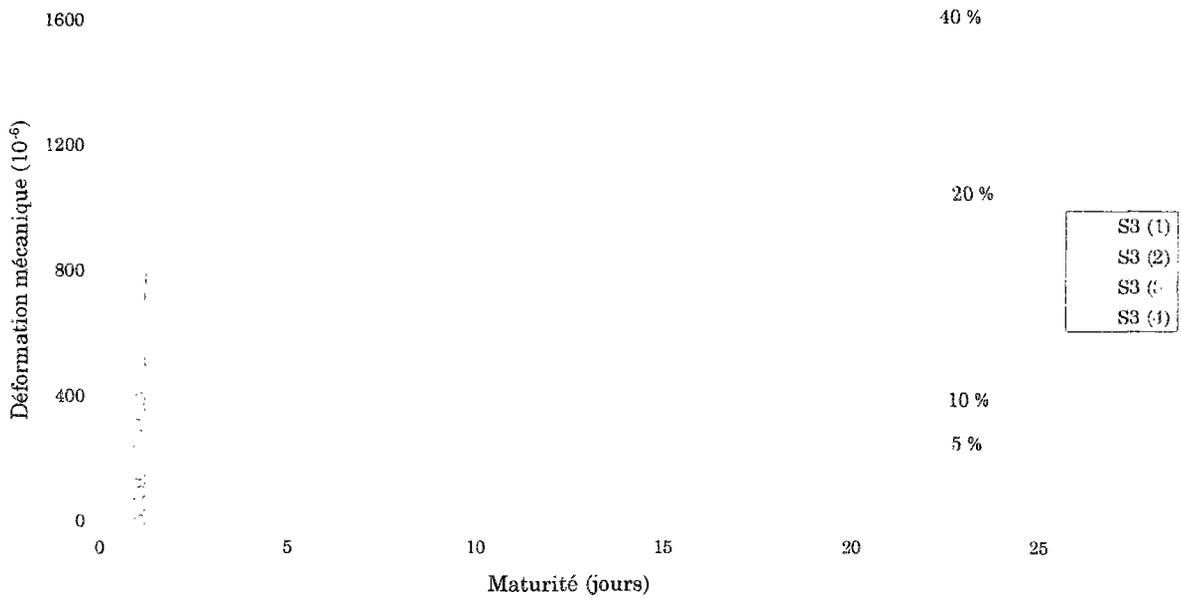


Figure III.14. Déformation mécanique en fonction de la maturité et du pourcentage de la charge ultime appliqué (série S3)

Rappelons ici que l'enregistrement de la mesure se fait à partir de la détection d'un seuil ; de ce fait, la densité de points de mesure est directement liée à la vitesse de déformation et, par conséquent, elle est d'autant plus élevée que la contrainte appliquée est forte.

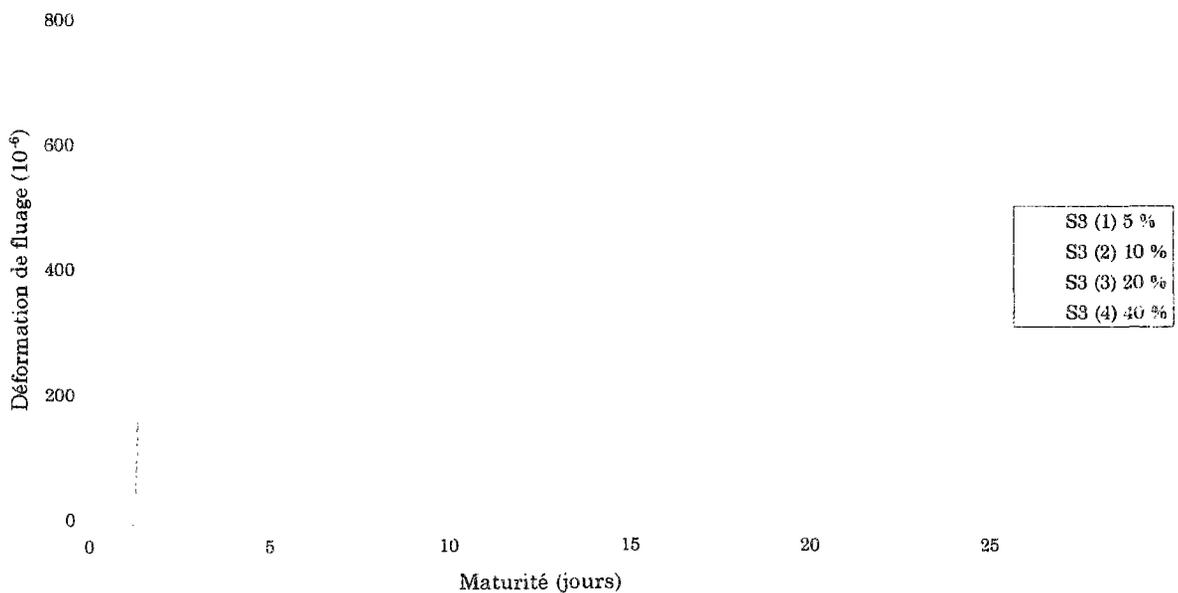


Figure III.15. Déformation de fluage en fonction de la maturité et du pourcentage de la charge ultime appliqué (série S3)

Une dérive apparente d'un capteur a, là encore, pu être constatée sur l'éprouvette S3 (2) ; elle a pu être attribuée à la mise en butée d'un capteur, qui est intervenue après 24 heures de chargement.

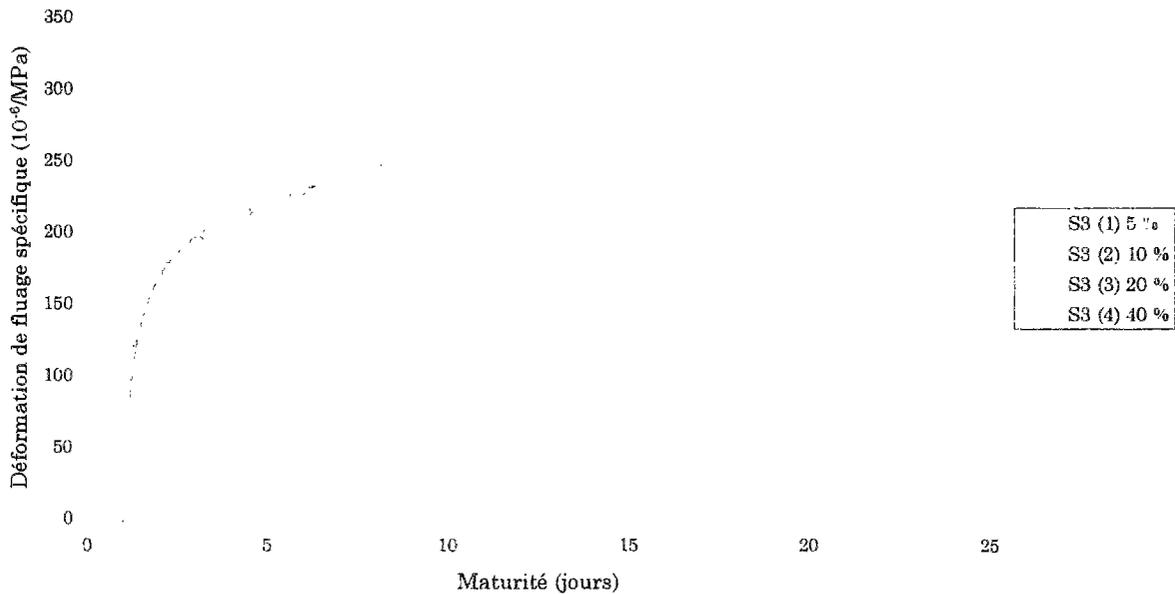


Figure III.16. Déformation de fluage spécifique (rapportée à la contrainte appliquée) en fonction de la maturité (série S3)

Les déformations de fluage enregistrées sont relativement faibles, en particulier sous les taux de chargement de 5 et 10 %, pour lesquels elles dépassent à peine respectivement $60 \cdot 10^{-6}$ et $110 \cdot 10^{-6}$. De ce fait, ces mesures sont d'autant plus perturbées, par exemple, par toute perturbation enregistrée sur le retrait. La limite inférieure de détection de déformation est approchée (en termes de précision de la mesure de déformation et, pour la transmission de la charge appliquée, de sensibilité du bâti) pour le taux de chargement 5 % (5 % de la contrainte ultime à 1 jour).

La figure III.17 met en évidence une relation linéaire entre le fluage et la contrainte appliquée sur la plage testée de taux de chargement, à savoir 5 à 40 % de la charge ultime. Les déviations par rapport à la linéarité ne sont en effet pas significatives en regard de l'incertitude sur la mesure de fluage. Dans ce domaine, et pour la pâte de ciment considérée, les déformations de fluage, obtenues pour des durées sous charge de 1, 3, 7 et 20 jours, sont directement proportionnelles à la contrainte appliquée. La notion de déformation de fluage spécifique peut alors être considérée comme légitime.

Il n'est donc pas possible de déduire de ces résultats l'existence d'un éventuel seuil inférieur de la contrainte, seuil en dessous duquel le matériau ne fluait pas.

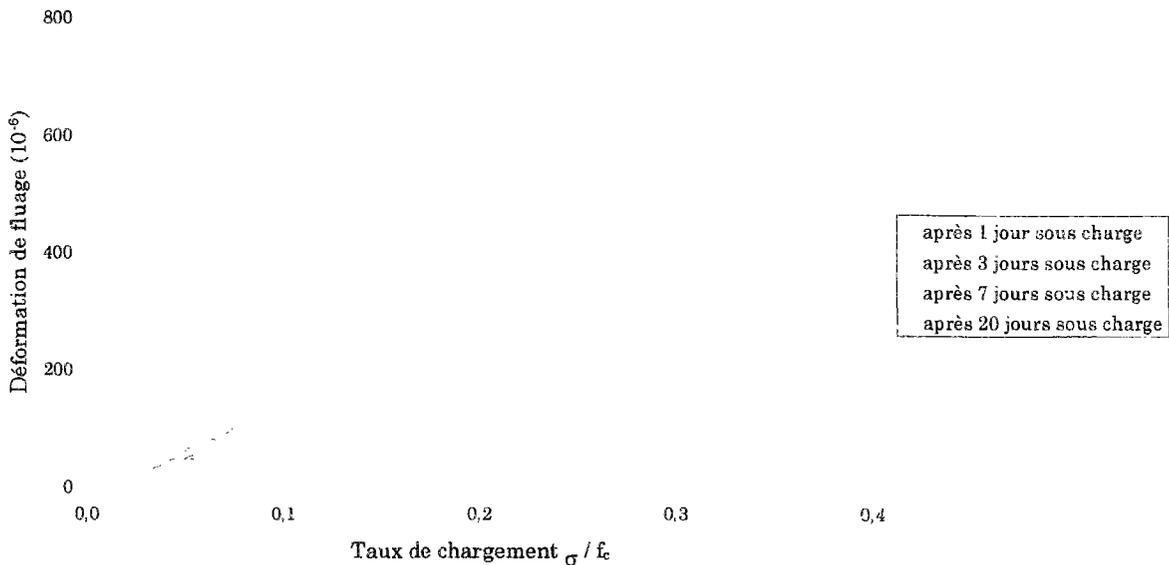


Figure III.17. Relation entre le fluage, après diverses durées sous charge, et le taux de chargement pour un chargement à 1 jour (série S3)

Les tirets figurent, pour chaque durée de chargement, la droite de régression sur les points expérimentaux disponibles

Le ralentissement de la déformation de fluage est visible sur cette dernière figure : on trouve quasiment le même gain de déformation respectivement entre 1 et 3 jours, 3 et 7 jours, et 7 et 20 jours sous charge, et ceci quel que soit le rapport $\sigma/f_{c(1 \text{ jour})}$.

III.3.4 PERTES RELATIVES DE MASSE (SÉRIE S4 ET AUTRES)

Au vu des résultats de retrait évoqués plus haut, il nous a paru nécessaire de mener les essais de retrait et de fluage en parallèle, de façon systématique, avec la détermination des pertes en masse des différentes éprouvettes, afin de s'assurer de l'efficacité du mode de protection contre la dessiccation.

Une pesée initiale a été effectuée, pour chaque éprouvette de chaque série, à l'âge de 24 heures, immédiatement avant le début des mesures de retrait. Compte tenu de l'appareillage et de l'instrumentation appliquée aux éprouvettes, ainsi que du processus de mesure des déformations, il ne nous a été possible de déterminer la perte en masse des éprouvettes qu'à la fin des mesures. En ce qui concerne les éprouvettes de la série S5, les pertes en masse ont été suivies pendant un certain temps après l'arrêt des mesures, les éprouvettes étant alors conservées dans la même salle, avec les mêmes conditions de régulation hygrothermiques.

Comme alternative au mode de protection habituel (maintien du moule téflon et protection de sa fente par une couche d'aluminium adhésif), nous avons essayé, pour certaines éprouvettes de la série S4, d'appliquer le film d'aluminium directement sur la

pâte de ciment, et ce le plus correctement possible (ce qui n'est pas toujours facile compte tenu de l'encombrement autour de l'éprouvette).

Les résultats de la série S4 sont regroupés dans le tableau III.6 :

N° éprouvette	Perte relative de masse entre 24h et 90j	Perte relative de masse entre 24h et 107j
S4 (1a)		0,95 %
S4 (2a)*		0,93 %
S4 (3a)		1,42 %
S4 (4m)*	1,06 %	
S4 (5m)		1,06 %
S4 (6m)	1,03 %	

Tableau III.6. Résultats de pertes de masse de la série S4, exprimées en % de la masse totale de l'éprouvette, pour deux types de protection
 « m » : protection habituelle (moule téflon + fente protégée par de l'aluminium adhésif)
 « a » : protection par application directe d'un film d'aluminium adhésif sur la pâte de ciment
 * désigne les éprouvettes de retrait

De ceci, il n'est pas possible de déduire que l'un ou l'autre type de protection est significativement meilleur que l'autre : les résultats ne se rangent pas dans deux classes distinctes et les valeurs des pertes relatives de masse sont voisines. Celles-ci sont d'ailleurs relativement importantes, de l'ordre de 1 % au bout d'une centaine de jours, ce qui représente déjà une fraction relativement importante de l'eau libre initialement contenue dans l'éprouvette et laisse entrevoir un séchage sensible.

En fait, il semble que le séchage soit moins autorisé au niveau de la totalité de la surface latérale de l'éprouvette que le long de la fente du moule téflon, qui semble être un chemin de migration privilégié. On a en effet pu constater, après arrêt des mesures, que les bords du moule téflon, du fait des diverses manipulations, sont parfois mal ajustés, laissant une fente ouverte allant parfois jusqu'au millimètre. Par ailleurs, le recouvrement de cette fente par l'aluminium adhésif est rarement parfait au niveau des joints supérieur et inférieur, disposés sur les embouts des casques.

Par la suite et pour des raisons pratiques, nous avons choisi de conserver le mode de protection habituel.

Les résultats de pertes de masse pour toutes les séries sont regroupés sur la figure III.18.

L'éprouvette S5 (2) s'est révélée être cassée en section médiane dès la maturité de 24 heures : elle a probablement subi un retrait gêné, dû à un mauvais positionnement de ses casques dans le système de rotation anti-ressuage. Elle a malgré tout été maintenue dans son moule et sa perte relative de masse a été suivie.

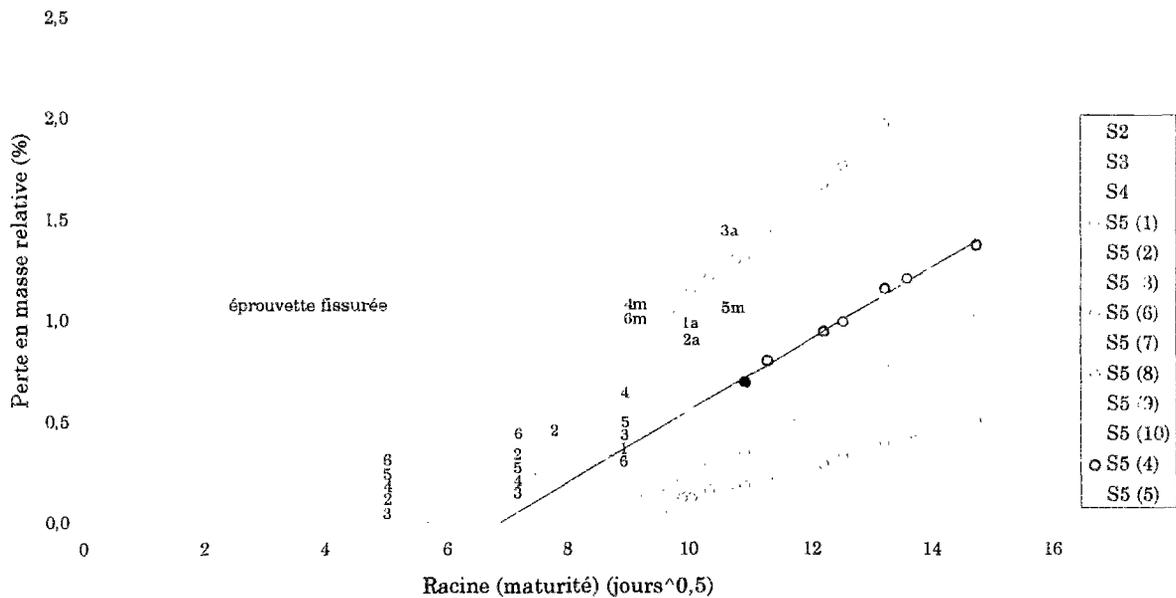


Figure III.18. Pertes relatives de masse en fonction de la maturité (racine de la maturité exprimée en jours)

Les petits caractères chiffrés indiquent le numéro de l'éprouvette pour les séries S2 à S4
 Les points pleins correspondent aux éprouvettes de retrait

Ces résultats appellent plusieurs commentaires :

1. Il apparaît, individuellement pour chaque éprouvette, une relation affine entre la perte en masse relative et la racine carrée de la maturité du matériau, du moins sur la période observée allant jusqu'à 225 jours environ.

Un phénomène de séchage du type « diffusion surfacique » n'est donc a priori pas à exclure ; celui-ci est vraisemblablement, comme évoqué plus haut, augmenté d'un effet de bord (fente et joints), dont l'incidence est aléatoirement répartie d'une éprouvette à l'autre, ce qui est conforté par la grande dispersion des résultats, visible sur la figure III.18, notamment pour les résultats de la série S5 (rappelons ici que, par exemple, les éprouvettes S5 (7) et S5 (3) d'une part, S5 (6) et S5 (8) d'autre part, ont subi les mêmes historiques de fluage).

Pour les éprouvettes de la série S5 en particulier, les pertes relatives de masse débutent pour une maturité comprise entre environ 40 et 60 jours. Tout se passe comme si on avait en quelque sorte autorisé un séchage à partir de cette maturité, ce qui est en assez bonne concordance avec le changement de pente constaté sur les courbes de retrait (cf. figure III.9).

En fait, aucune intervention n'ayant eu lieu en cours d'essai, quant à la protection contre la dessiccation, le séchage était autorisé dès le tout jeune âge du matériau ; mais ce n'est qu'aux alentours de 40 jours qu'il devient prépondérant par rapport à la consommation d'eau par les réactions d'hydratation du ciment, parce que celles-ci, alors, deviennent très ralenties.

2. Envisager une procédure de correction objective du retrait mesuré revient à considérer la relation entre ce retrait et les pertes relatives de masse. En effet, si l'on admet la partition couramment admise entre le retrait de dessiccation et le retrait endogène d'une part :

$$\varepsilon_{\text{retrait mesuré}} = \varepsilon_{\text{retrait endogène}} + \varepsilon_{\text{retrait de dessiccation}} \dots\dots\dots (III.8)$$

et une relation affine idéalisée [GRANGER 1995] entre le retrait de dessiccation et la perte relative de masse d'autre part :

$$\varepsilon_{\text{retrait de dessiccation}} = k \left[\frac{\Delta m}{m} - \left(\frac{\Delta m}{m} \right)^o \right] \quad \text{si } \left(\frac{\Delta m}{m} \right)^o \leq \frac{\Delta m}{m} \dots\dots\dots (III.9)$$

$$\varepsilon_{\text{retrait de dessiccation}} = 0 \quad \text{sinon}$$

où $\frac{\Delta m}{m}$ désigne la perte relative de masse, on pourrait déduire de nos mesures le retrait endogène.

Les résultats de mesures de retrait (réduit, comme évoqué en III.3.1) sont ainsi présentés sur la figure III.19, en fonction de la perte relative de masse.

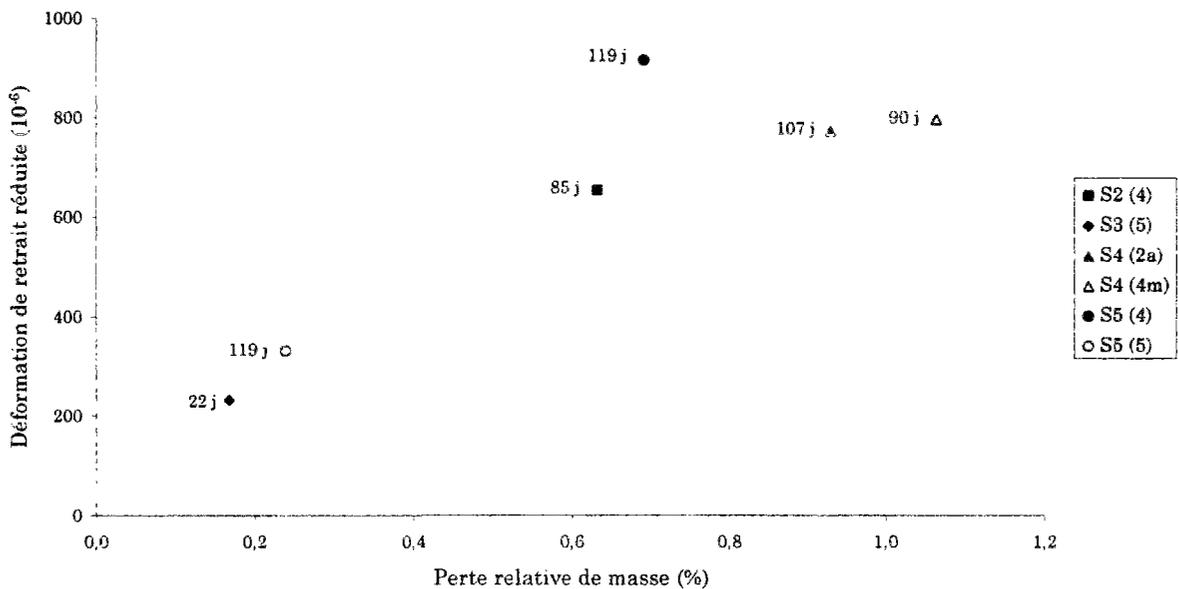


Figure III.19. Déformation de retrait réduite en fonction de la perte relative de masse (les points sont affectés de l'échéance de pesée)

N'ayant généralement qu'un résultat de retrait, associé à une perte de masse, par échéance, nous ne pouvons malheureusement pas extrapoler la valeur du retrait à cette échéance pour une perte relative de masse nulle, valeur qui aurait correspondu au retrait endogène à cette échéance.

Par ailleurs, ces résultats n'offrent pas de cohérence vis-à-vis de la durée de retrait (les échéances ne se rangent pas, sur la figure III.19, par ordre croissant vis-à-vis du retrait effectué), cohérence qui nous permettrait d'obtenir un retrait endogène monotone décroissant avec la maturité du matériau.

Nous avons adopté un autre type de correction, moins objectif, qui est illustré sur la figure III.20 :

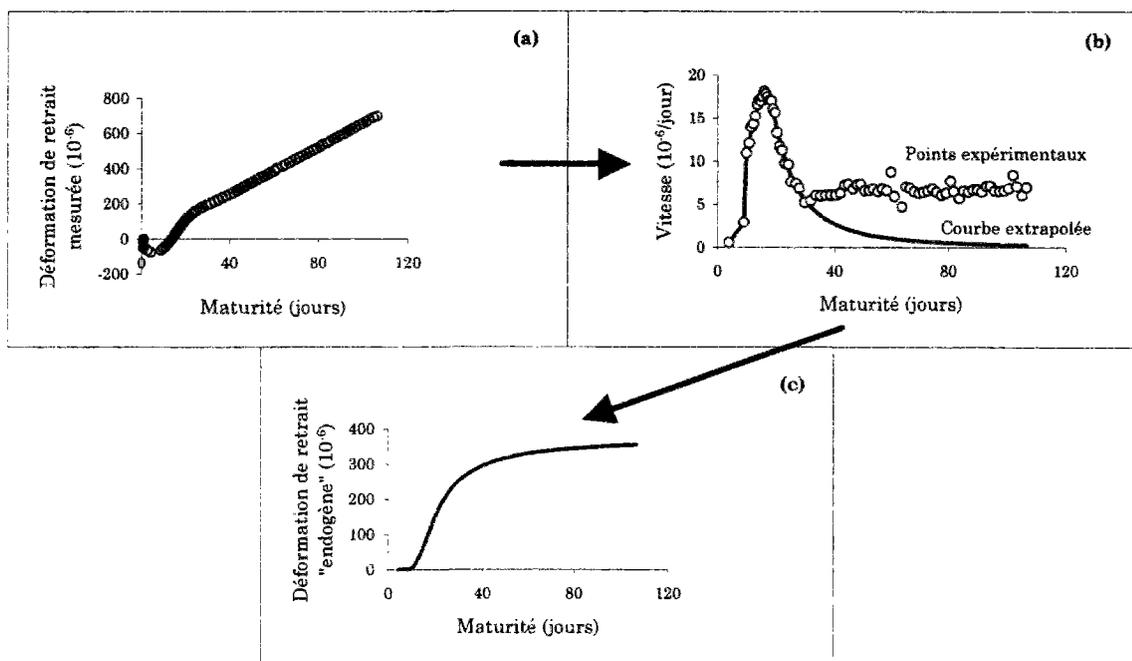


Figure III.20. Exemple de correction du retrait, effectuée sur l'éprouvette S4 (2a)
 (a) résultat de retrait brut ; (b) vitesse de retrait ; (c) résultat de retrait corrigé

A partir des résultats bruts de retrait (a), on exprime la vitesse de retrait, qui présente clairement une allure bimodale (b) ; la courbe est d'abord de cinétique rapide, puis présente un pic ; après une période de décroissance, la vitesse de retrait devient quasi-constante. A partir du moment où la courbe de vitesse de retrait se stabilise en fonction de la maturité, nous considérons que nous avons affaire à un autre phénomène que celui qui est à l'origine du retrait endogène. La correction consiste donc à extrapoler sur cette courbe la fin de la portion descendante (par une fonction du type $k\mu^{-K}$) et de l'intégrer pour revenir à une courbe de retrait (c), retrait que nous appellerons endogène.

L'ensemble des résultats de retrait, corrigés selon cette procédure, est regroupé sur la figure III.21.

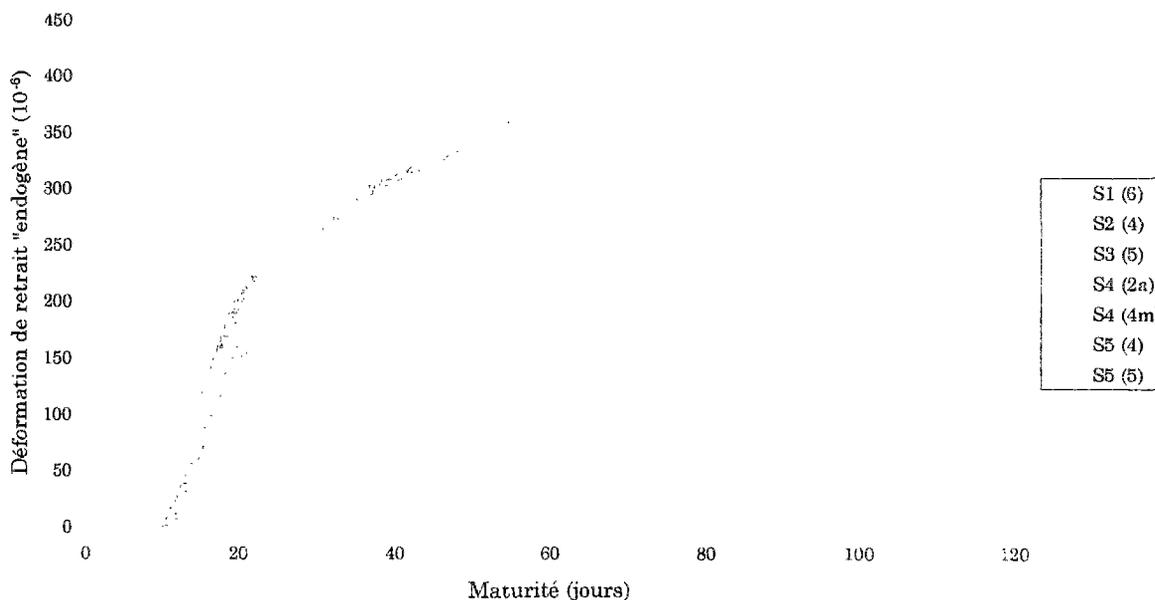


Figure III.21. Résultats de retrait « endogène » obtenu après correction des mesures

3. Dans l'analyse de la dispersion des mesures de retrait, le résultat S5 (5) était apparu comme aberrant. Mais, au vu de la figure III.18, cette éprouvette n'est affectée que d'une faible perte relative de masse (de l'ordre de 0,3 % au bout de 120 jours), ce qui conduit à la considérer comme ayant effectué un retrait plus proche du retrait endogène pur que les autres.

Une étude japonaise⁵ [TAZAWA et al. 1993] menée sur un grand nombre de pâtes de ciment a permis de dégager une formule d'estimation du retrait endogène à partir de la composition en phases du ciment :

$$\varepsilon_{\text{retrait endogène}}(t) = -0,012 \alpha_{C_3S}(t) \%C_3S - 0,07 \alpha_{C_2S}(t) \%C_2S + 2,256 \alpha_{C_3A}(t) \%C_3A + 0,859 \alpha_{C_4AF}(t) \%C_4AF \dots\dots(III.10)$$

Au bout de 90 jours, date à laquelle le retrait endogène asymptotique est supposé atteint, on obtient, avec les hypothèses (grossières) qui ont servi à la détermination du degré d'hydratation (cf. page 74), une valeur de retrait endogène pour notre ciment de l'ordre de $100 \cdot 10^{-6}$. Le résultat S5 (5) n'est donc surtout pas à rejeter ; il pourrait bien être le meilleur résultat de retrait endogène sur la pâte de ciment PO, pour une mesure initiale à 24 heures. Ceci demande à être confirmé par des mesures de retrait endogène fiables, soit en continu, ce qui nécessite d'améliorer l'étanchéité du système, soit par des mesures manuelles, plus éprouvées.

⁵ Sur ces données a pu être sommairement validé le choix de la fonction du type $k\mu^{-K}$ adoptée pour la vitesse du retrait endogène dans notre approche de correction du retrait expérimental (cf. page 101).

En somme, ce sont surtout les résultats de retrait et de fluage à long terme (en particulier ceux de la série 4, pour des chargements ayant lieu au delà de 44 jours) qui seront affectés par la correction du retrait évoquée plus haut. D'un autre côté, si l'on attribue à une éprouvette de fluage, dont le retrait réel est $R1$, le retrait $R2$ d'une éprouvette témoin tel que $R2 \leq R1$, le fluage, ainsi que sa vitesse, seront sous-estimés et ce, d'autant plus que l'on sera dans la partie ascendante du développement du retrait (puisque c'est l'incrément de retrait sous charge qui compte). Ceci est à garder à l'esprit pour l'analyse des autres résultats, qui sont donc à manipuler avec circonspection.

4. Enfin, au vu de la figure III.18, sur laquelle les signes vides correspondent tous à des éprouvettes qui ont subi un certain historique de chargement, on peut dire qu'il n'est pas permis d'avancer quoi que ce soit quant à l'influence du chargement sur l'amplitude ou sur la cinétique de la dessiccation.

III.3.5 RECOUVRANCE (SÉRIE S5)

En matière de recouvrance, nous avons quelques résultats issus de la série S1 et S4 pour des déchargements à maturité élevée (cf. figure III.22), que nous avons voulu compléter par quelques essais portant sur le matériau jeune.

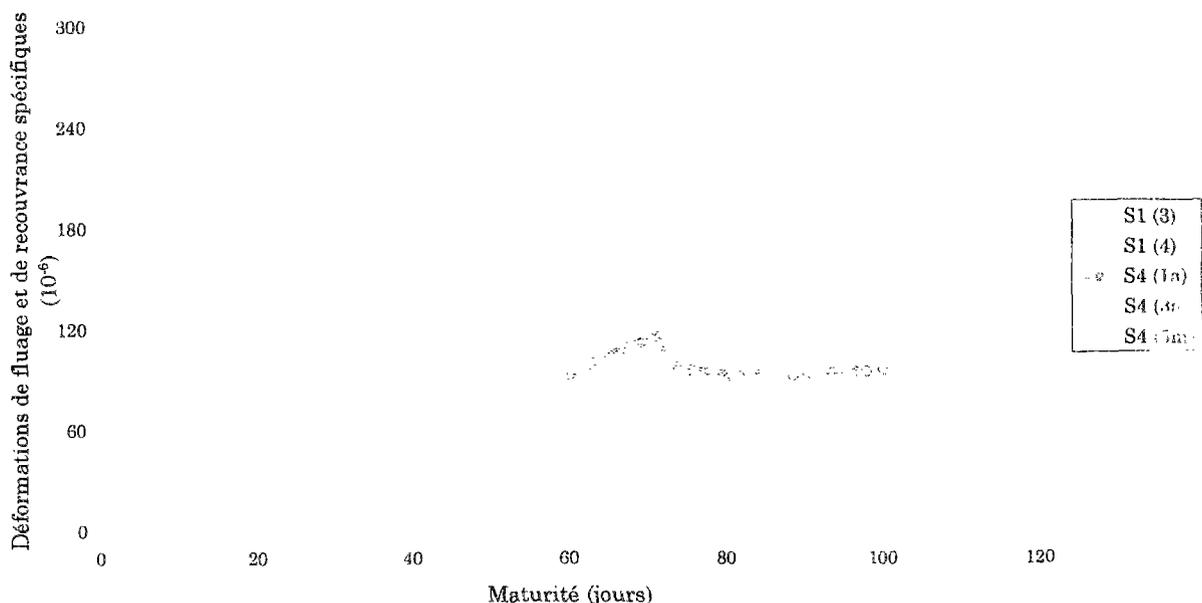


Figure III.22. Déformations de fluage et de recouvrance spécifiques en fonction de la maturité (séries S1 et S4)

La figure III.23 représente les déformations mécaniques brutes enregistrées sur les éprouvettes de la série S5 (rappelons ici que la mesure de la déformation initiale doit être corrigée à partir des valeurs du module d'Young, mesurées par ailleurs).

La figure III.24 représente les déformations de fluage et de recouvrance spécifiques. Dans cette représentation, la maturité, volontairement, est en échelle logarithmique, afin de mettre en évidence la recouvrance et le fluage au jeune âge.

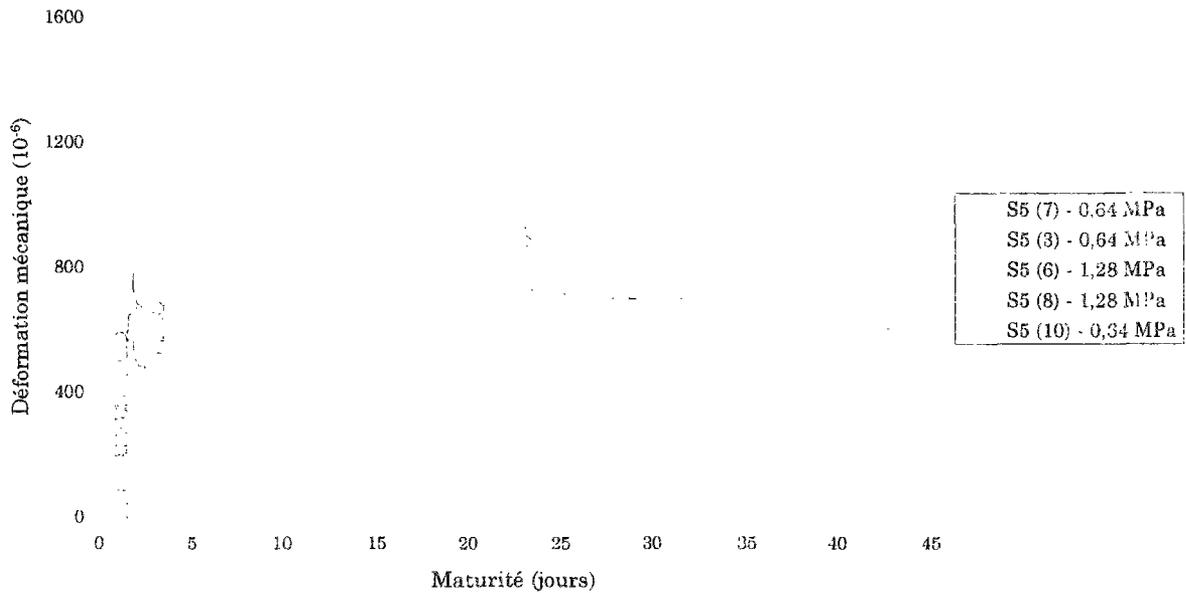


Figure III.23. Déformation mécanique (série S5)

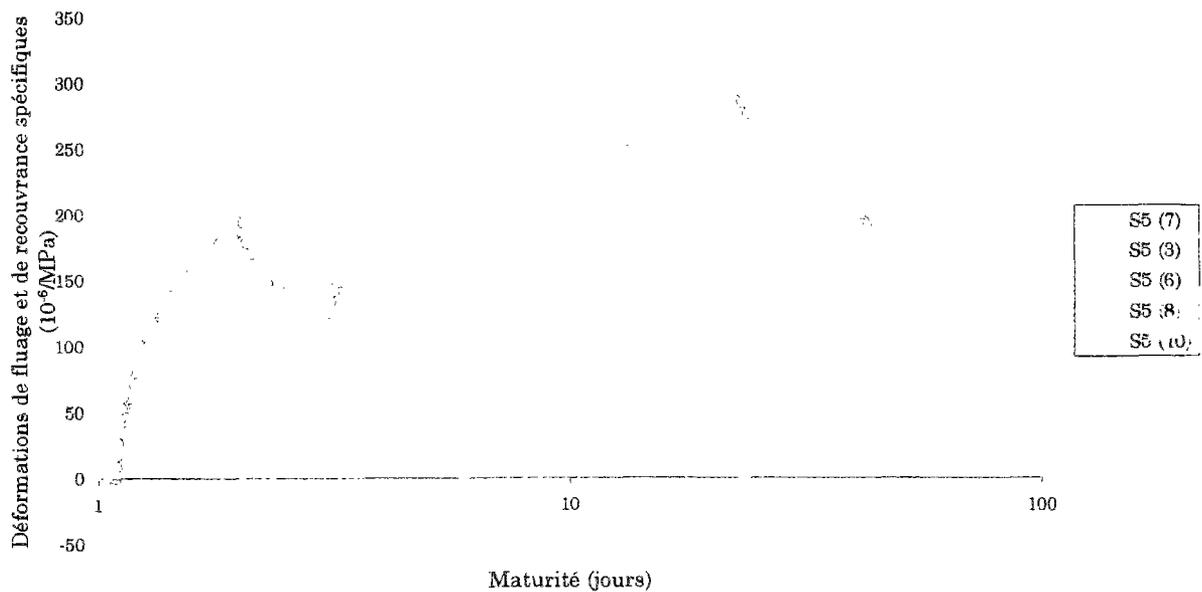


Figure III.24. Déformations de fluage et de recouvrance spécifiques (série S5)
(maturité en échelle logarithmique)

La superposition des courbes de déformations spécifiques, compte tenu de la précision des mesures, conforte nos résultats de linéarité du fluage par rapport à la contrainte. La non-superposition de la courbe S5 (7) sur la période de fluage entre 3 et 23 jours n'est due qu'au seul point de mesure à 3 jours sur la période de recouvrance entre 2 et 3 jours (90.10^{-6} au lieu de 130.10^{-6} en moyenne) ; ce défaut se répercute par la suite sur la période de fluage.

Nous voyons ici que la recouvrance semble également être linéaire par rapport à la contrainte qui vient d'être supprimée : c'est le cas sur la période entre 2 et 3 jours ; du fait de la perturbation sur les mesures, c'est moins clair pour la période de recouvrance au-delà de 23 jours.

Ici encore, les déformations mesurées sont très faibles (les contraintes appliquées sont faibles et le matériau est très jeune), ce qui explique la grande perturbation des courbes. On peut remarquer l'évolution singulière des courbes pour la période de recouvrance au-delà de 23 jours, durant laquelle les éprouvettes S5 (7) et S5 (8), par exemple, évoluent dans le sens d'un raccourcissement, sans qu'aucune contrainte ne leur ait à nouveau été appliquée. Si cette évolution était « intrinsèque » au fluage et à la recouvrance, elle devrait se reproduire de façon proportionnelle à la contrainte ; or, cela ne semble pas être le cas. Nous ne voyons guère qu'une influence de la déformation de retrait, ce qui nous ramène au problème évoqué précédemment, à savoir :

la substitution du retrait d'une éprouvette témoin au retrait réel de l'éprouvette sous charge ou en recouvrance est d'autant plus préjudiciable que ces deux retraits sont respectivement d'amplitude et de cinétique différentes en chaque point de mesure.

Globalement, la pâte de ciment, même chargée à maturité très avancée, semble présenter de la recouvrance. Cette recouvrance se développe très rapidement immédiatement après déchargement ; elle atteint très rapidement un palier, typiquement en moins de deux semaines (quand on lui en laisse évidemment le temps). Une décomposition en série de Dirichlet à 2 éléments de Kelvin, appliquée au lissage de nos résultats, nous donne un temps caractéristique τ_s de l'ordre de 50 heures (moyenne de résultats dispersés), sans qu'il soit possible de dégager une quelconque tendance en fonction de l'âge de déchargement.

Sur une très courte période après le déchargement, elle est sensiblement de même amplitude que la déformation de fluage antérieure, pendant le même délai après le chargement ; par contre, à plus long terme, la recouvrance ne représente qu'une faible proportion du fluage qui a été effectué avant déchargement : environ 15 % pour la série 1 et 25 % pour la série S4 sur les résultats présentés en figure III.22. Les incertitudes sur les mesures ne nous permettent cependant pas d'aller plus avant, si ce n'est qu'on retrouve une tendance formulée notamment dans [NEVILLE et al. 1983], à savoir que le rapport recouvrance/fluage est d'autant plus élevé que le chargement a eu lieu à une maturité élevée.

III.3.6 DÉFORMATION VISQUEUSE (TOUTES SÉRIES CONFONDUES)

A la lumière des résultats précédents et en tenant compte des conclusions tirées en termes de dispersion des essais, en termes de linéarité du fluage par rapport à la contrainte (pour des rapports σ/f_c inférieurs à 40 %) et de précaution dans l'utilisation

des résultats de retrait, un certain nombre d'autres résultats intéressants sont à présenter.

La figure III.25 représente la complaisance $J(t, \tau)$ en fonction de la maturité du matériau. Elle a été obtenue à partir de la correction, au niveau des déformations initiales, des courbes de déformations mécaniques mesurées, grâce aux résultats des mesures de module d'Young. La figure III.26 représente la déformation visqueuse spécifique ε_s^v .

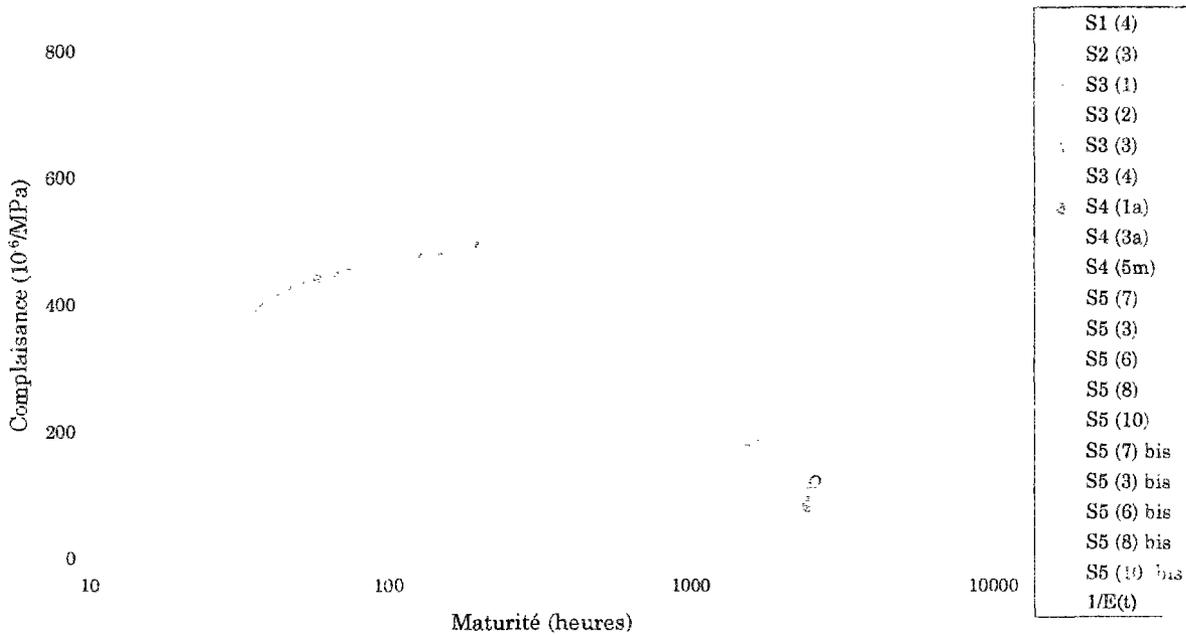


Figure III.25. Complaisance en fonction de la maturité
(est également représentée la courbe d'évolution de la déformation élastique spécifique)

Cette déformation visqueuse est d'autant plus élevée que le chargement a lieu à une maturité précoce. Son développement est particulièrement rapide après le chargement et ralentit fortement au bout d'environ 3 semaines sous charge. Si l'amplitude de cette déformation est fortement réduite entre les chargements au jeune âge (1, 2, 3 jours) et les chargements tardifs (au delà de 40 jours), elle l'est déjà significativement au jeune âge : la déformation visqueuse obtenue au bout de 24 heures sous charge est divisée par 3 entre un chargement à 1 jour et un chargement à 2 jours, alors qu'elle n'est diminuée que de 10 % entre un chargement à 2 jours et un chargement à 3 jours.

La courbe S5 (10) bis souffre, ici encore, de la faible amplitude des déformations mesurées sous une contrainte faible (0,64 MPa).

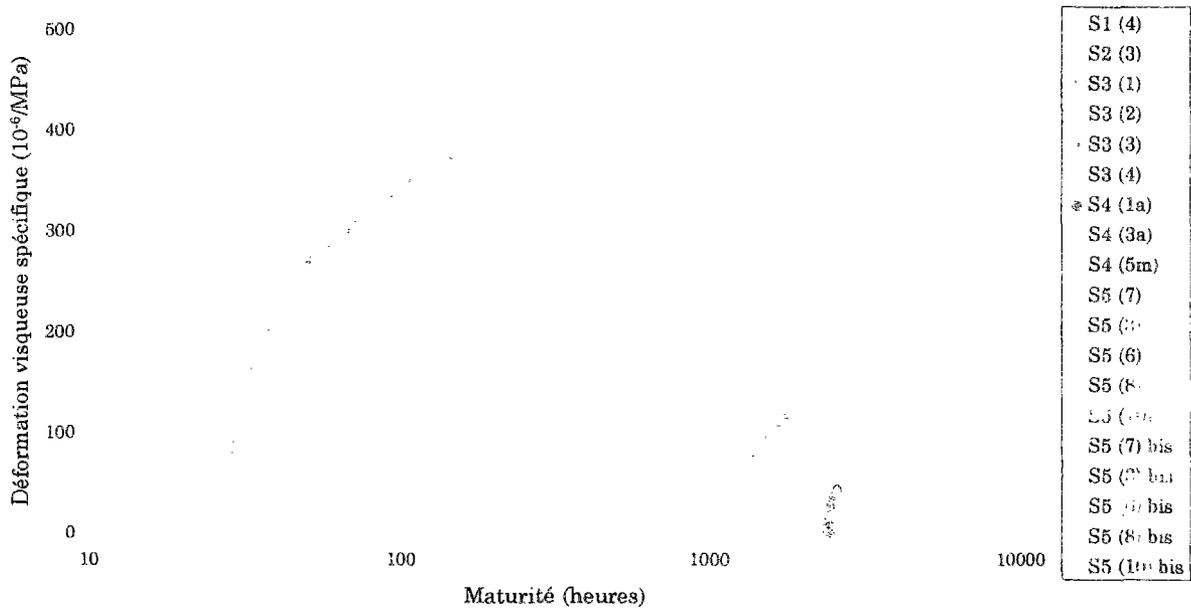


Figure III.26. Déformation visqueuse spécifique sous charge en fonction de la maturité (la dénomination « bis » fait référence au rechargement)

Venons-en maintenant à l'étude de la cinétique de cette déformation visqueuse, dont nous avons déjà évoqué l'intérêt (pour la liaison entre le comportement observable et les mécanismes à l'échelle microscopique) dans le chapitre I.

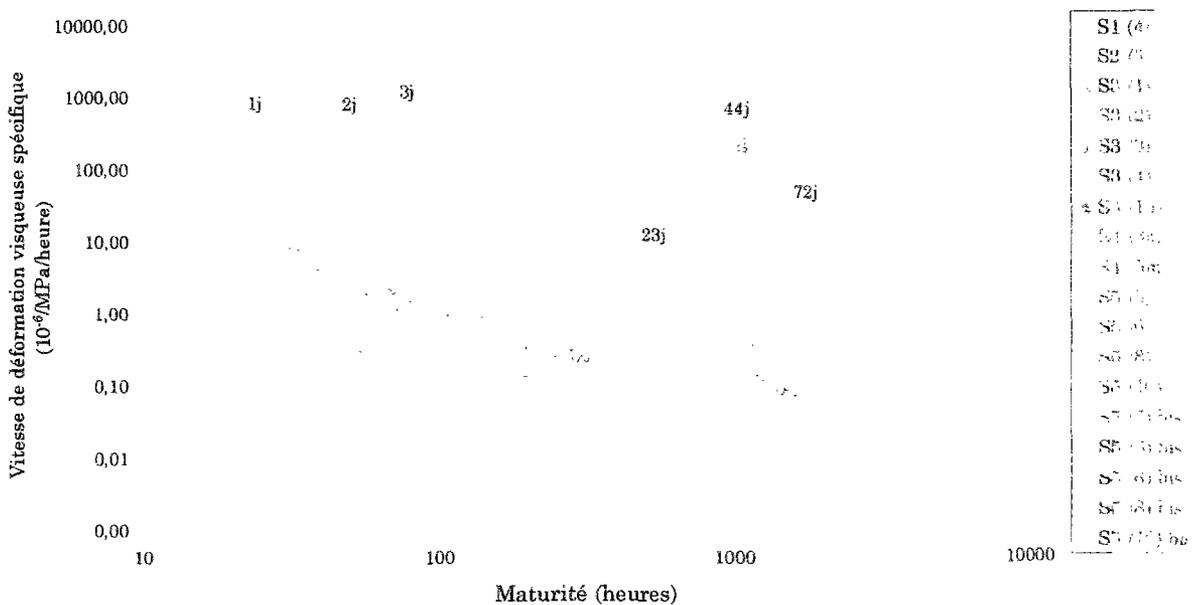


Figure III.27. Vitesse de déformation visqueuse spécifique en fonction de la maturité

Les résultats de vitesse de déformation visqueuse spécifique en fonction de la maturité du matériau sont regroupés sur la figure III.27, en échelle logarithmique. Les maturités de chargement sont rappelées au-dessus des courbes.

La visualisation de cette figure III.27 appelle quelques commentaires :

On ne revient pas sur le comportement erratique de la courbe S5 (10) bis que l'on a déjà évoqué précédemment.

Pour chaque courbe, prise individuellement, la vitesse de déformation visqueuse spécifique diminue de façon drastique, immédiatement après la sollicitation en compression ; elle diminue ensuite beaucoup plus lentement. Si l'observation de la figure III.26 nous avait déjà permis d'aboutir au même type de remarque, la figure III.27 nous offre un certain nombre de renseignements supplémentaires, assez surprenants :

1. La plupart des courbes de vitesse de déformation visqueuse spécifique semblent venir rejoindre une même courbe, que l'on peut assimiler, dans ce diagramme logarithmique, à une droite, et ceci indépendamment de la maturité de chargement.
2. Allons même plus loin : au vu des courbes S5 (7) bis, S5 (3) bis, S5 (6) bis et S5 (8) bis qui viennent également s'aligner sur cette droite, il semble que cette évolution de la vitesse soit indépendante de l'historique de chargement que l'éprouvette a subi.
3. La question reste en suspens en ce qui concerne les chargements tardifs, qui semblent présenter une évolution identique, sans cependant venir s'aligner sur cette même droite : il y a fort à parier que le comportement déviant provient des incertitudes sur le retrait, dont nous avons déjà parlé ; ceci demande cependant à être confirmé.

Ayant à notre disposition des résultats très complets [LAPLANTE 1993] d'essais de fluage propre (et également de retrait endogène, de résistance en compression et de module d'Young) menés sur un béton ordinaire BO et un béton à très hautes performances BTHP, fabriqués à partir du même ciment que la pâte de ciment PO (les compositions de ces deux bétons sont présentées en Annexe II), nous avons adopté la même démarche d'étude en termes de vitesse de la déformation visqueuse spécifique. Cela est illustré sur la figure III.28.

La même tendance que sur la pâte de ciment est obtenue sur les bétons BO et BTHP : les courbes de vitesse de déformation visqueuse spécifique viennent rejoindre une droite, dont la pente est, de surcroît, la même que dans le cas de la pâte pure PO.

Rappelons que ce diagramme est en échelle logarithmique et que, de ce fait, la forte dispersion des résultats expérimentaux autour de la droite, pour des maturités supérieures à 1000 heures, n'est qu'apparente : en valeur absolue, la perturbation est la même sur les petites vitesses que sur les grandes ; seulement, le bruit est d'autant plus amplifié que la valeur de la vitesse est faible.

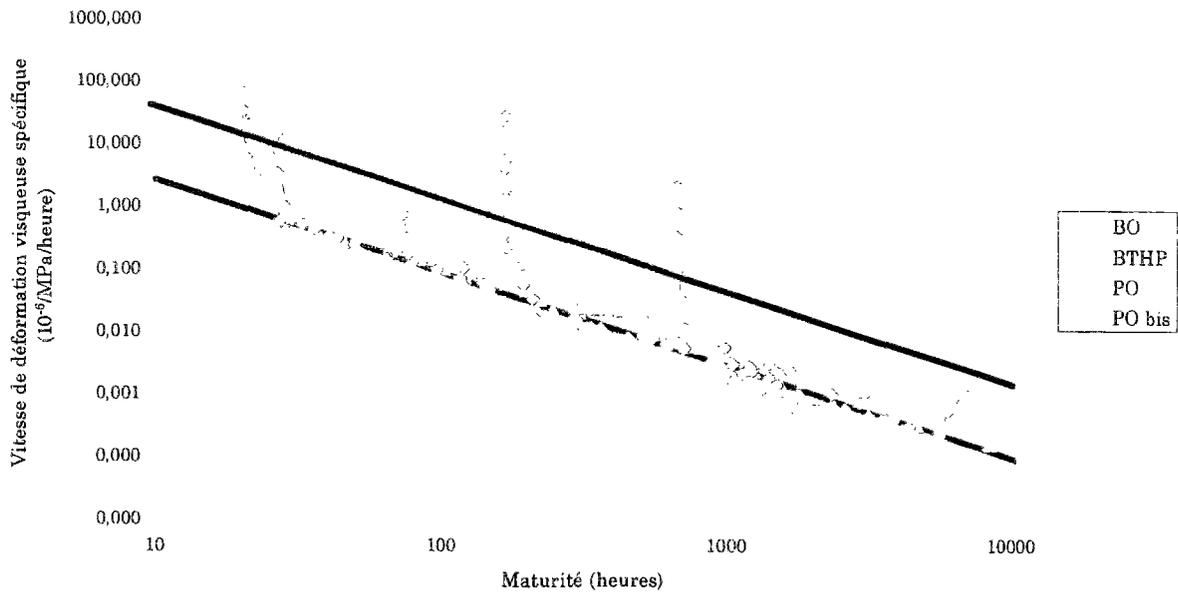


Figure III.28. Vitesse de déformation visqueuse spécifique en fonction de la maturité
 Résultats sur pâte de ciment PO et résultats sur bétons BO et BTHP [LAPLANTE 1993]

Par comparaison des résultats sur la pâte de ciment PO et sur le béton ordinaire BO, qui ont un même rapport eau/ciment égal à 0,5 (la pâte de ciment du béton BO est probablement très proche de la pâte de ciment PO), on constate l'influence quantitative de la présence de granulats sur la vitesse de déformation. En revanche, la présence de granulats n'a pas d'influence sur l'évolution de cette vitesse, ce qui tend à dire que le processus visqueux ne dépend que du réseau poreux propre à la matrice de pâte de ciment (à une échelle donc beaucoup plus petite que celle des granulats ou des hétérogénéités de l'interface pâte de ciment - granulat).

Le fait que la tendance soit la même entre les bétons BO et BTHP est une indication supplémentaire : les pâtes de ciment de ces deux matériaux sont différentes, autant au niveau du réseau capillaire que des pores du gel d'hydrates (cf. I.1.1.4). C'est donc vraisemblablement à la présence, dans les deux cas, de CSH qu'est à rattacher la similitude de comportement visqueux.

Comme le montre schématiquement la figure III.29, nous pouvons donc choisir de partitionner l'évolution de la vitesse de déformation visqueuse spécifique en deux termes de vitesse, que nous noterons $\dot{\epsilon}_s^{ve}$ et $\dot{\epsilon}_s^{vp}$, manifestement attachés à deux phénomènes physiques différents, qui n'agissent pas sur les mêmes échelles de temps et qui sont successivement prépondérants l'un par rapport à l'autre, de telle sorte que :

$$\dot{\epsilon}_s^v = \dot{\epsilon}_s^{ve} + \dot{\epsilon}_s^{vp} \dots\dots\dots (III.11)$$

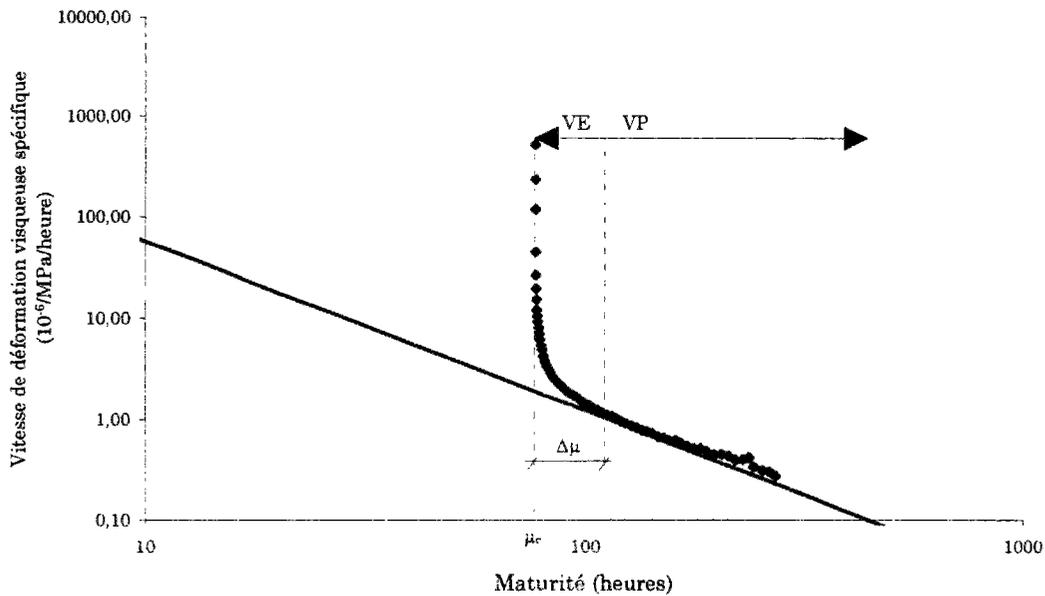


Figure III.29. Schématisation de la partition de la vitesse de déformation visqueuse spécifique en fonction de la maturité

1. Le terme $\dot{\epsilon}_s^{VP}$ concerne le long terme, au-delà du délai $\Delta\mu$ après chargement, déterminé par l'arrivée sur la droite unique évoquée plus haut dans le diagramme logarithmique. Cette vitesse, vieillissante, indépendante de la maturité au chargement, et apparemment de tout l'historique de chargement, s'exprime dès lors très simplement en fonction de la maturité :

$$\dot{\epsilon}_s^{VP}(\mu) = A\mu^{-B} \quad \text{pour } \mu_c \leq \mu \dots\dots\dots (III.12)$$

où $\dot{\epsilon}_s^{VP}(\mu)$ désigne la dérivée de ϵ_s^{VP} par rapport à la maturité et où A et B sont deux constantes positives⁶. En l'occurrence, la meilleure approximation sur les résultats de la pâte de ciment PO permet d'obtenir, pour cette composition, les valeurs suivantes (avec μ et μ_c , maturité au chargement, exprimées en heures) :

$$A = 1113,5 \text{ (en MPa}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}\text{)}$$

$$B = 1,48$$

Dès lors, une simple intégration nous amène à l'expression de la déformation ϵ_s^{VP} en fonction de la maturité, à savoir :

⁶ Pour être tout à fait correct, il faudrait écrire $\dot{\epsilon}_s^{VP}(\mu) = A\left(\frac{\mu}{c}\right)^{-B}$ où « c » a la dimension d'une maturité et vaut 1 si l'unité utilisée est l'heure.

$$\epsilon_s^{vp}(\mu) = \frac{A}{B-1} (\mu_c^{1-B} - \mu^{1-B}) \quad \text{pour } \mu_c \leq \mu \dots\dots\dots (III.13)$$

2. Le terme ϵ_s^{ve} concerne le court terme ; il est prépondérant dans un délai $\Delta\mu$ après chargement. Le terme ϵ_s^{ve} se déduit par construction de la déformation visqueuse spécifique selon :

$$\epsilon_s^{ve}(\mu, \mu_c) = \epsilon_s^v(\mu, \mu_c) - \epsilon_s^{vp}(\mu) \dots\dots\dots (III.14)$$

Cette décomposition est illustrée en figure III.30 sur le cas de l'éprouvette S1 (4).

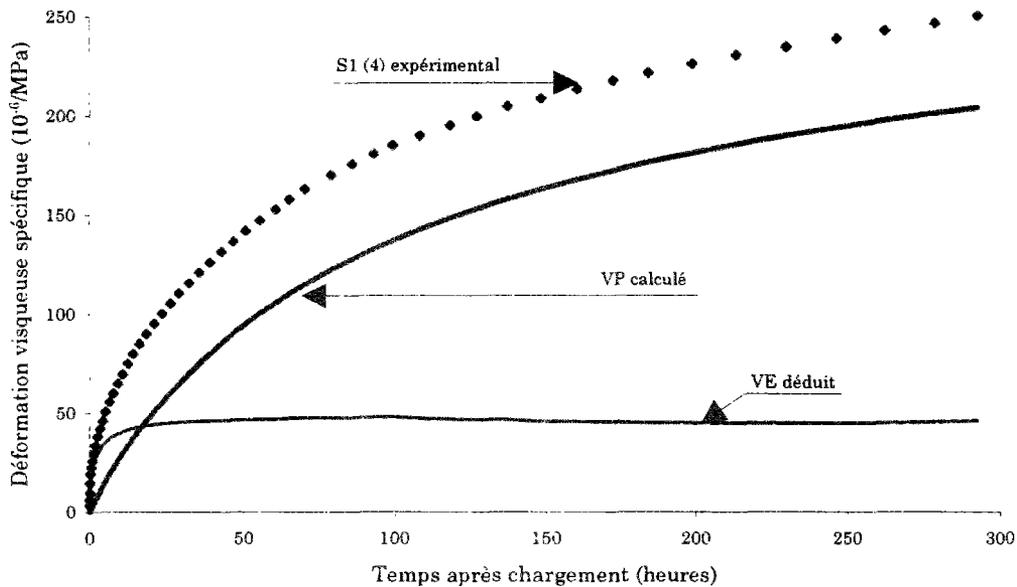


Figure III.30. Exemple de décomposition de la déformation visqueuse spécifique en deux termes, ϵ_s^{ve} et ϵ_s^{vp} , obtenus par construction, à partir du résultat expérimental S1 (4)

Ici, les déformations ϵ_s^{vp} et ϵ_s^{ve} sont, aux environs de 24 heures après le chargement, d'amplitudes égales. Pendant un très court délai après le chargement, ϵ_s^{ve} représente une forte proportion de la déformation visqueuse spécifique, et se stabilise très rapidement (le maximum est atteint environ 4 jours après le chargement).

L'ensemble des déformations ϵ_s^{ve} pour les cas de chargement étudiés est représenté, en échelle semi-logarithmique, sur la figure III.31. La partie décroissante n'est que la résultante de la procédure de déduction de ϵ_s^{ve} à partir des résultats expérimentaux de déformation visqueuse ϵ_s^v ; elle n'a aucune signification physique et l'on devrait

considérer que la déformation devient quasi-constante dès l'arrivée sur la droite VP (comme cela a été fait sur la figure III.30 pour le résultat S1 (4)).

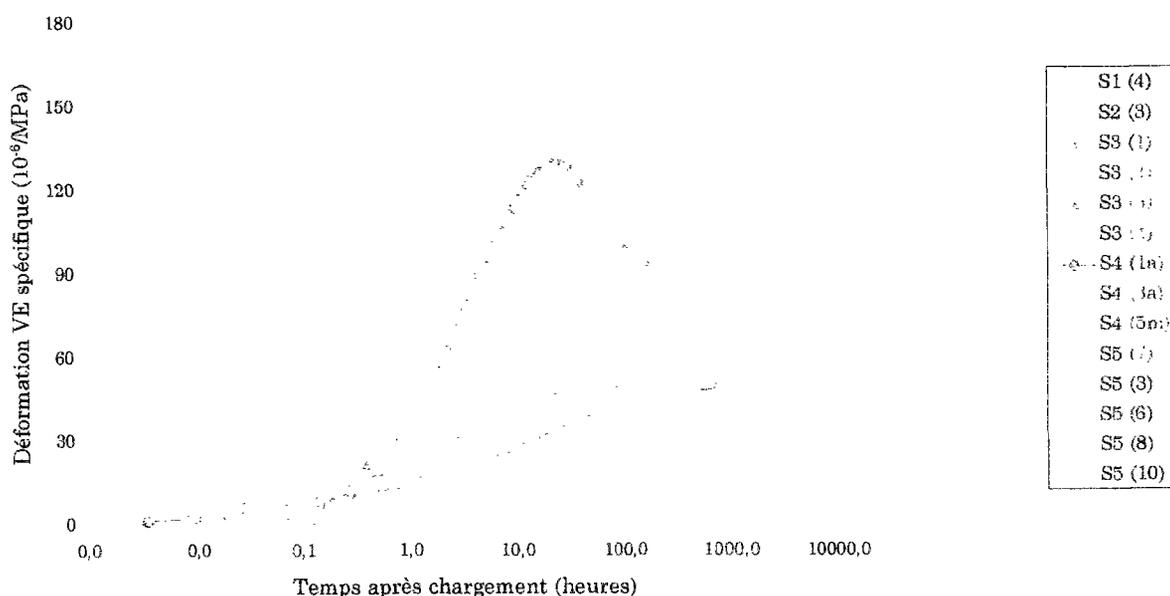


Figure III.31. Déformation ϵ_s^{ve} en fonction du temps sous charge

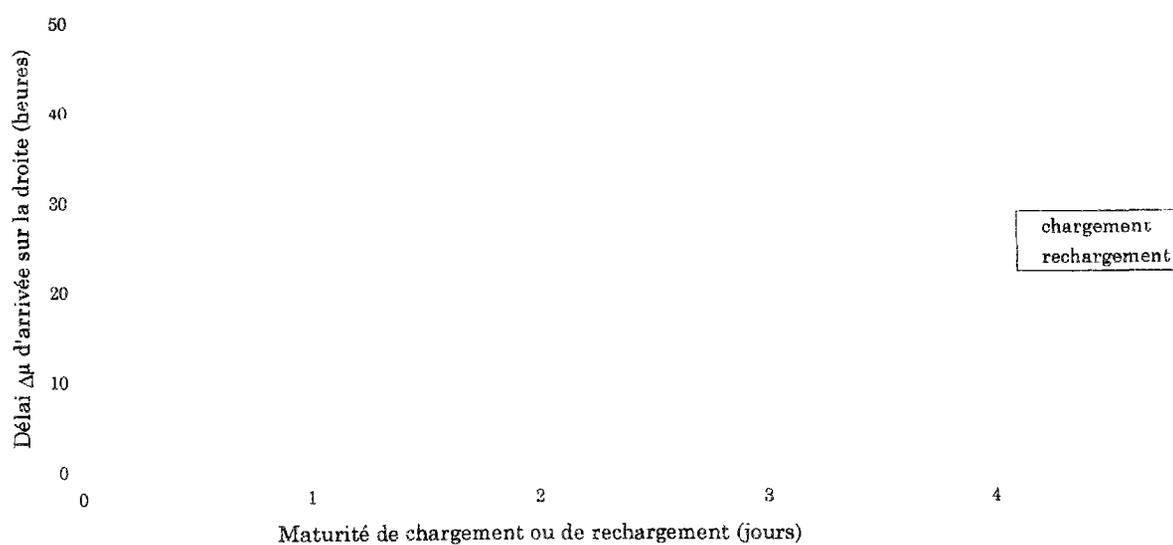


Figure III.32. Délai d'arrivée $\Delta\mu$ sur la droite en fonction de la maturité de chargement ou de rechargement

La figure III.32 présente l'évolution du délai $\Delta\mu$ d'arrivée sur la droite du comportement VP, ce qui donne une idée du temps caractéristique du phénomène attaché à la déformation ε_s^{ve} , en fonction de la maturité de chargement. On n'en dégagera qu'une tendance, à savoir : plus l'on charge tard, plus le délai $\Delta\mu$ est grand ; il est de l'ordre de quelques jours pour les chargements précoces étudiés. Ceci ne semble vrai, cependant, que pour un premier chargement ; les points qui correspondent à un rechargement (dispersés du fait de la dispersion sur les déformations visqueuses spécifiques) semblent en effet constituer un groupe à part.

3. Par construction, les déformations ε_s^{vp} et ε_s^{ve} sont proportionnelles à la contrainte appliquée.

4. L'analyse qui précède nous a montré que le terme (VE), qui est lié au court terme et se stabilise très vite, présente de fortes ressemblances, en termes de développement, avec la recouvrance. Nous avons d'ailleurs représenté sur la figure III.33, symétriquement par rapport à l'axe des maturités, les déformations de recouvrance spécifique (comptées positives) et les déformations ε_s^{ve} (comptées négatives), que nous avons à notre disposition.

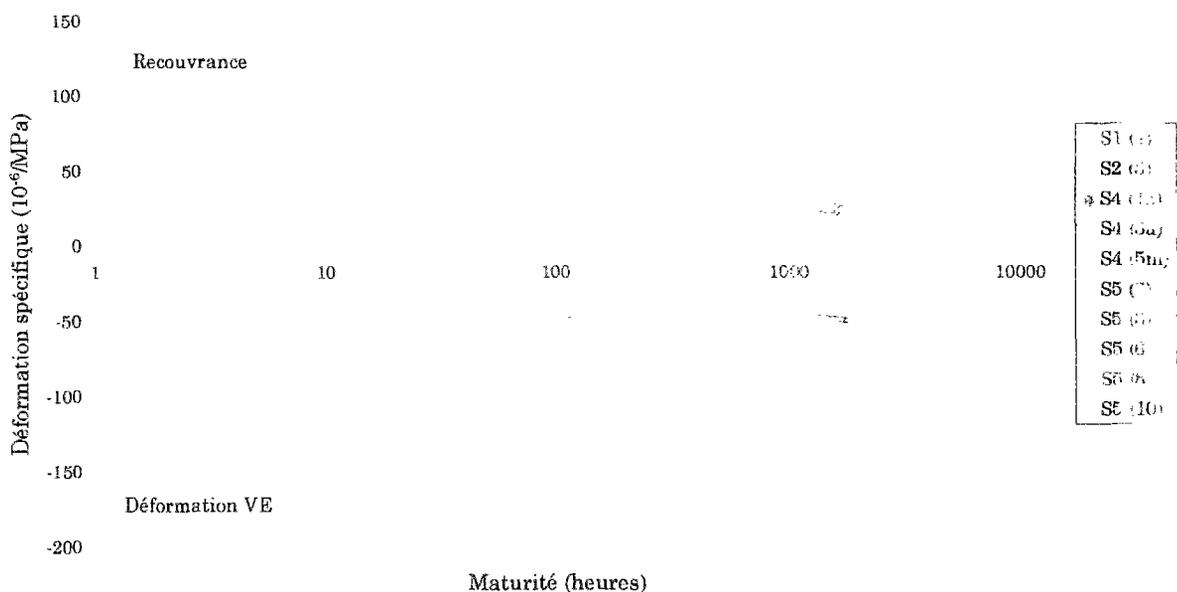


Figure III.33. Recouvrance et déformation VE spécifiques en fonction de la maturité

L'incertitude sur l'ensemble de nos mesures nous oblige à rester prudents. Cependant, il ressort de cette figure qu'il y a une forte similitude entre, d'une part, la cinétique de développement de la déformation VE pour une maturité de chargement μ_c donnée et, d'autre part, la cinétique de développement de la recouvrance spécifique pour une maturité de déchargement rapportée à μ_c . On ne peut que rester vague en ce qui

concerne l'éventuelle similitude en amplitude ; cela demande à être confirmé (ou infirmé) par d'autres essais. Peut-être l'hypothèse de proportionnalité de ϵ^{ve} par rapport à la contrainte est-elle à remettre en question.

III.4 CONCLUSIONS DE L'APPROCHE EXPÉRIMENTALE

On a présenté dans ce chapitre un certain nombre de résultats expérimentaux concernant d'abord la microstructure et les propriétés mécaniques (résistance en compression et module d'Young) de la pâte de ciment PO, concernant ensuite ses déformations différées (retrait, fluage et recouvrance).

L'essai de fluage sur pâte de ciment s'est révélé présenter une assez bonne répétabilité.

Par contre, il existe de fortes incertitudes concernant le retrait endogène, incertitudes qui sont dues notamment aux mauvaises conditions de protection du matériau contre la dessiccation ; ces incertitudes ont des retombées non négligeables sur la qualité des mesures des déformations de fluage, en particulier pour les faibles contraintes appliquées à un matériau jeune. Il faut donc améliorer le système d'étanchéité : tel qu'il se présente actuellement, il est peu efficace, notamment parce qu'il est difficile à mettre en place de façon correcte ; on ne gagne rien, pour le moment, par rapport à des essais de retrait endogène à acquisition de données manuelle.

Une fois la fiabilité de la protection contre la dessiccation démontrée, encore faut-il que la dispersion du retrait endogène d'une éprouvette à l'autre soit faible.

La linéarité de la déformation de fluage par rapport à la contrainte, dans le domaine des contraintes testées (rapport σ/f_c inférieur à 40 %), semble acquise, ce qui rend légitime le fait de travailler en déformations spécifiques. Ceci est certes pratique, mais l'acquisition de points de mesure sur la base du dépassement d'un seuil se révèle, dans ce cas, mal adaptée (densité de points de mesure trop faible pour les faibles déformations obtenues sous faibles contraintes) ; ceci est à garder présent à l'esprit lors de l'exploitation des résultats.

La connaissance de l'évolution du module d'Young avec la maturité est essentielle en ce qui concerne l'étude de la déformation visqueuse. On aurait pu s'abstenir de la réalisation d'essais de module classiques, menés en parallèle, si l'interface (ancrage et contact) entre le casque et la pâte de ciment avait été meilleure : une solution consisterait à remplacer la vis d'insert unique par plusieurs, réparties sur la section du casque [LE ROY 1995].

Du point de vue de l'exploitation des résultats, on retiendra la partition, issue de l'étude de sa cinétique macroscopique, de la déformation visqueuse spécifique ϵ_s^v en deux termes ϵ_s^{vp} et ϵ_s^{ve} :

- ϵ_s^{vp} est relatif au long terme, indépendant de la maturité de chargement ainsi, semble-t-il, que de l'historique de chargement ; il est ainsi facilement caractérisable à

partir d'un essai de fluage, à maturité de chargement quelconque (en particulier le plus tôt possible), qu'on laisse se poursuivre le plus longtemps possible.

- ε_s^{ve} est relatif au court terme, de temps caractéristique de l'ordre de quelques jours, qui tend à augmenter avec la maturité de chargement. Il présente de fortes similitudes avec l'évolution de la recouvrance. La voie semble ainsi ouverte à une caractérisation relativement simple de la déformation ε_s^{ve} à partir d'essais de recouvrance, ceci sous toutes réserves de confirmation par d'autres campagnes d'essais de fluage (pas forcément, d'ailleurs, sur pâte de ciment). Si une telle détermination s'avérait suffisamment adéquate pour, à partir de la partition, ne pas perdre en information et en précision sur les déformations de fluage de longue durée, on pourrait être amené à réduire le nombre des éprouvettes et les durées des campagnes d'essais de fluage, en particulier sur bétons. *I had a dream...*

CHAPITRE IV.

MODÉLISATION DU COMPORTEMENT VISQUEUX DU MATÉRIAU

Nous allons tenter, dans ce chapitre, de concilier nos résultats expérimentaux et les données de la littérature, en termes de mécanismes agissant à l'échelle microscopique, dans un modèle, élaboré dans un cadre thermodynamique, qui rende compte, à l'échelle macroscopique, du comportement visqueux sous charge de longue durée du matériau durcissant.

Il s'agit en particulier de prendre en compte explicitement les origines physiques des différents phénomènes, à savoir la réaction d'hydratation, ainsi que les comportements visqueux à court et à long terme, qui ont pu être mis en évidence lors du précédent chapitre. Faute d'identifier ces mécanismes avec précision, nous choisissons de faire référence à certains mécanismes qui semblent les plus plausibles, ou, du moins, cohérents avec les conclusions de notre approche expérimentale, en termes, à la fois, d'échelles de temps (de temps caractéristiques) et d'espace poreux mis en jeu.

IV.1 MÉCANISMES SOUS-JACENTS RETENUS

IV.1.1 HYDRATATION

Nous avons vu, au paragraphe I.1.1.2, que l'hydratation du ciment, constituée de nombreuses réactions chimiques interdépendantes et de cinétiques diverses, peut globalement être envisagée de la façon suivante : l'eau libre et ses ions diffusent, à travers la couche des hydrates déjà formés, dont l'épaisseur s'accroît et qui se densifie au fur et à mesure de l'avancement de la réaction, vers les grains anhydres ; là, de nouveaux hydrates se forment, avec une cinétique qui est, au regard du processus de microdiffusion, instantanée. On peut donc considérer que c'est le processus de microdiffusion qui impose sa cinétique à l'hydratation. On choisit donc de modéliser l'hydratation par le changement de phase suivant :

$$\text{Eau libre} \rightarrow \text{Eau combinée} \dots\dots\dots(\text{IV.1})$$

l'eau combinée recouvrant à la fois l'eau chimiquement liée dans les hydrates et l'eau physiquement liée par adsorption, et faisant ainsi, en quelque sorte, partie intégrante du squelette. La réaction (IV.1) traduit le mécanisme responsable, à l'échelle microscopique, de l'évolution, à l'échelle macroscopique, des caractéristiques mécaniques du matériau (module d'Young et résistance en compression).

IV.1.2 COMPORTEMENT VISQUEUX À COURT TERME

Comme on l'a vu au paragraphe I.2.3.1, le comportement visqueux à court terme peut être attribué à des mouvements d'eau, induits, vers les espaces capillaires, par l'application de la contrainte macroscopique, comme schématisé de façon simplificatrice, voire simpliste sur la figure IV.1. C'est vraisemblablement l'eau adsorbée, plus que l'eau capillaire libre, qui est concernée puisque plus fortement liée au squelette solide dont elle contrôle la déformation. L'effet de ces mouvements d'eau, a priori, se fait d'autant plus sentir sur l'amplitude de la déformation du matériau que celui-ci est jeune (le volume d'hydrates développés est moindre) et que le squelette est moins rigide, ce qui expliquerait l'évolution en amplitude constatée expérimentalement.

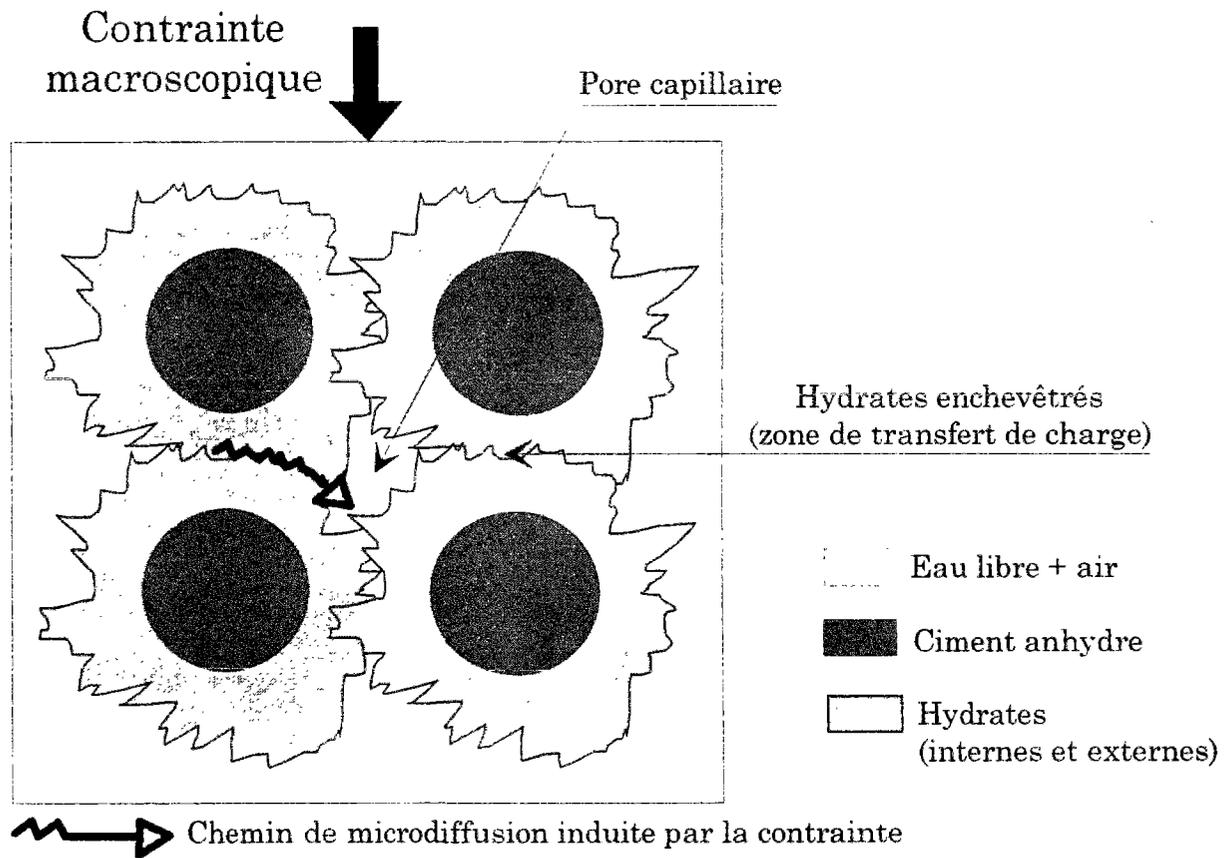


Figure IV.1. Schématisation de la redistribution d'eau induite par la contrainte macroscopique

IV.1.3 COMPORTEMENT VISQUEUX À LONG TERME

Un tel comportement visqueux à long terme, vieillissant, apparaît comme agissant sur une échelle de temps très grande, bien plus grande, en tout cas, que celle attachée à la réaction d'hydratation.

Par ailleurs, l'évolution de ce comportement visqueux à long terme, apparaît comme étant similaire entre un matériau ordinaire et un matériau à hautes performances (cf. figure III.28), et ceci nous amène à lier ce comportement à l'espace poreux, qui est commun, en termes de structure et de texture à ces deux types de matériau, à savoir les pores du gel d'hydrates [BAROGHEL-BOUNY 1994].

L'explication physique émise par Bazant et son équipe nous semble dès lors intéressante, explication qui situe dans les nanopores le mécanisme du comportement visqueux à long terme, que nous rappelons brièvement (pour plus de précisions, cf. paragraphe I.2.3.1) : dans les zones d'adsorption empêchée (de façon plus générale, dans les pores du gel d'hydrates), les surfaces solides adjacentes sont liées, par des forces à distance ou des liaisons atomiques directes ; ces liaisons équilibrent la pression de disjonction qui tend à écarter les dites surfaces solides, cette pression de disjonction s'étant développée pendant l'hydratation. Du fait de leur caractère instable et désordonné, ces liaisons auraient tendance, localement, à se rompre, se propager et se reformer, selon un mécanisme du type dislocation. Dès lors, un mouvement de glissement visqueux relatif est autorisé entre les surfaces de gel d'hydrates, mouvement différé qui constitue une déformation de fluage. Les sites de rupture et de reformation de liaisons seraient autant de sites favorables de fluage, que la relaxation des forces mises en jeu tend à épuiser, ce qui offre une explication de la cinétique amortie de la déformation en question.

IV.2 UN CADRE THERMODYNAMIQUE POUR LA MODÉLISATION

IV.2.1 PRÉSENTATION

Nous sommes confrontés à trois phénomènes qui se développent au sein de la microstructure du matériau, phénomènes qui mettent en jeu chacune des trois phases (solide, liquide, gazeuse) et leurs interactions. Pour la modélisation, nous choisissons de faire appel à un cadre théorique [COUSSY 1995], qui permet de modéliser le comportement de matériaux poreux sièges de phénomènes physicochimiques variés. Dissolution de matière, changements de phase liquide - vapeur, réactions chimiques en solution, phénomènes d'adsorption..., sont autant de réactions, au sens large du terme, qui peuvent être la source de manifestations macroscopiques spécifiques : vieillissement d'hydratation, retrait, fluage, gonflement par alcali-réaction. Ce qui nous a conduit à analyser et à intégrer, à l'échelle macroscopique (typiquement celle d'une éprouvette de laboratoire, correspondant à une échelle intermédiaire entre celle de la microstructure et celle des structures de génie civil), la cinétique des phénomènes microscopiques.

Ce cadre a déjà fait l'objet d'une application au cas du retrait de dessiccation du béton (avec l'analyse des couplages thermo-poro-hydrromécaniques) [LASSABATÈRE 1994] et son

application aux couplages thermo-chimico-mécaniques dans le béton au jeune âge commence à faire référence [ULM et al. 1995].

En ce qui nous concerne, c'est son application au cas du fluage propre qui nous intéresse ; celle-ci s'appuie essentiellement sur les travaux très récents de [ULM et al. 1995] [ULM et al. 1996], dont nous reprenons ici, succinctement, les développements, et qui constituent, grâce à des hypothèses simplificatrices valables dans le cas qui nous occupe, un « dégrossissage » de la théorie, sans la dénaturer.

Soit un élément de volume représentatif de notre matériau. Ce système est la superposition d'un squelette solide et d'une solution interstitielle contenue dans un système poreux associé.

La déformation observable est celle du squelette et sera notée ϵ .

Par ailleurs, nous noterons :

m la masse d'eau libre, qui, par unité de volume, se combine avec le ciment durant son hydratation ;

m_s la variation de masse d'eau impliquée dans les mouvements d'eau induits par la contrainte, responsables du comportement visqueux à court terme ;

ϵ^{VP} la déformation visqueuse à long terme et χ le glissement visqueux relatif entre les parois adjacentes des pores du gel d'hydrates, au niveau des zones d'adsorption empêchée.

Pour traiter le cas du fluage propre, nous nous limitons d'emblée aux hypothèses suivantes :

- a. les évolutions sont isothermes : $\dot{T} = 0$;
- b. le milieu est considéré comme fermé vis-à-vis des différentes phases (liquide ou gazeuse) qui saturent l'espace poreux ;
- c. le matériau est isotrope ;
- d. on considère le cas d'un chargement uniaxial (dans une première approche simple, le cas général multiaxial étant présenté dans [ULM et al. 1996]).

L'inégalité de Clausius-Duhem s'écrit, dans le cas du système fermé élémentaire en conditions isothermes :

$$\phi = \sigma \dot{\epsilon} - \dot{\psi} \geq 0 \dots\dots\dots (IV.2)$$

où ϕ est la dissipation intrinsèque, associée au comportement irréversible du squelette et à la réaction d'hydratation, et où σ est la contrainte macroscopique liée aux forces extérieures par l'équilibre mécanique. Le point désigne la dérivée par rapport au temps.

L'énergie libre (de Helmholtz) associée au système, notée ψ , en définit les états énergétiques en termes de variables d'état externes, i.e. la déformation ϵ , et de variables

d'état internes¹, i.e. m_s (pour le comportement visqueux à court terme), ε^{vp} et χ (pour le comportement visqueux à long terme) et m pour la réaction d'hydratation :

$$\psi = \psi (\varepsilon, m_s, \varepsilon^{vp}, \chi, m) \dots\dots\dots (IV.3)$$

Plus particulièrement :

$$\psi = W(\varepsilon - \varepsilon^{vp}, m, m_s) + U(\chi, m, m_s) \dots\dots\dots (IV.4)$$

où W est l'énergie qui tient compte des couplages avec la déformation ε et U est l'énergie dite bloquée.

L'utilisation de (IV.4) dans (IV.2) conduit à :

$$\varphi = \left(\sigma - \frac{\partial W}{\partial \varepsilon}\right) : \dot{\varepsilon} - \frac{\partial W}{\partial \varepsilon^{vp}} \dot{\varepsilon}^{vp} - \frac{\partial U}{\partial \chi} \dot{\chi} - \frac{\partial (W + U)}{\partial m} \dot{m} - \frac{\partial (W + U)}{\partial m_s} \dot{m}_s \geq 0 \dots\dots\dots (IV.5)$$

IV.2.2 EQUATIONS D'ÉTAT

Dans le cas où $\dot{\varepsilon}^{vp}=0$ et $\dot{\chi}=0$ et $\dot{m}=0$ et $\dot{m}_s=0$, la dissipation est nulle ; on obtient alors l'équation d'état habituelle

$$\sigma = \frac{\partial W}{\partial \varepsilon} \dots\dots\dots (IV.6)$$

équation qui reste valable même en présence de mécanismes dissipatifs divers. L'inéquation (IV.5) devient donc, dans le cas général :

$$\varphi = \sigma \dot{\varepsilon}^{vp} + \zeta \dot{\chi} + A_m \dot{m} + A_s \dot{m}_s \geq 0 \dots\dots\dots (IV.7)$$

ce qui fournit les équations d'état supplémentaires :

¹ dont l'évolution n'est pas contrôlable de l'extérieur

$$\begin{aligned}
 \sigma &= -\frac{\partial W}{\partial \varepsilon^{vp}} \\
 \zeta &= -\frac{\partial U}{\partial \chi} \\
 A_m &= -\frac{\partial(W+U)}{\partial m} \\
 A_s &= -\frac{\partial(W+U)}{\partial m_s}
 \end{aligned}
 \tag{IV.8}$$

où σ , ζ , A_m et A_s sont les forces thermodynamiques associées, dans la dissipation intrinsèque φ , respectivement à la vitesse de déformation visqueuse à long terme, $\dot{\varepsilon}^{vp}$, au taux de glissement visqueux relatif, $\dot{\chi}$, au taux massique de combinaison de l'eau avec le squelette, \dot{m} , et au taux massique de redistribution de l'eau dans les capillaires, \dot{m}_s . Ce sont ces forces qui provoquent la dissipation (i.e. la transformation d'énergie mécanique en chaleur).

Pour faire apparaître clairement les couplages entre la contrainte et les phénomènes physicochimiques pris en compte, il est utile d'introduire la transformée de Legendre-Fenchel W^* de W , définie par :

$$W^* = \sigma(\varepsilon - \varepsilon^{vp}) - W \qquad W^* = W^*(\sigma, m, m_s) \tag{IV.9}$$

Dès lors, on peut écrire, d'après (IV.9) et (IV.8) :

$$\begin{aligned}
 \varepsilon - \varepsilon^{vp} &= \frac{\partial W^*}{\partial \sigma} \\
 \zeta &= -\frac{\partial U}{\partial \chi} \\
 A_m &= \frac{\partial(W^* - U)}{\partial m} \\
 A_s &= \frac{\partial(W^* - U)}{\partial m_s}
 \end{aligned}
 \tag{IV.10}$$

Par analogie avec le cas où $\dot{m}=0$ et $\dot{m}_s=0$, pour lequel (IV.7) se réduit à la dissipation associée à une déformation irréversible quelconque du squelette (modèle plastique ou viscoplastique standard), ζ est appelée force d'écrouissage, dont on suppose qu'elle ne dépend que de l'évolution de la variable d'écrouissage χ ; ici, elle représente, à l'échelle macroscopique, le glissement relatif agissant à l'échelle des pores du gel. De plus, la dépendance de l'énergie bloquée U de l'avancement de la réaction d'hydratation, exprimée en (IV.4), implique celle de la force d'écrouissage, à savoir :

$$\zeta = \zeta(\chi, m) \dots\dots\dots (IV.11)$$

ce qui constitue le phénomène d'écrouissage chimique [COUSSY et al. 1995] : ζ correspond aux liaisons internes censées empêcher le glissement relatif désordonné des hydrates au niveau des zones d'adsorption empêchée.

Ainsi, les équations d'état s'écrivent, sous forme incrémentale :

$$d\varepsilon - d\varepsilon^{VP} = \frac{1}{E} d\sigma + b dm + g dm_s \dots\dots\dots (IV.12)$$

ainsi que :

$$d\zeta = \frac{\partial \zeta}{\partial \chi} d\chi + \frac{\partial \zeta}{\partial m} dm \dots\dots\dots (IV.13)$$

$$dA_m = b d\sigma + \frac{\partial A_m}{\partial \chi} d\chi + \frac{\partial A_m}{\partial m} dm \dots\dots\dots (IV.14)$$

$$dA_s = g d\sigma + \frac{\partial A_s}{\partial m_s} dm_s \dots\dots\dots (IV.15)$$

en admettant, d'abord, que l'hydratation, en soi, n'est pas la source directe du comportement visqueux à court terme (l'équation (IV.15) ne comporte pas de terme en dm , mais il n'est pas exclu, comme nous le verrons plus loin, que g dépende de m) et en tenant compte, ensuite, de certaines symétries de Maxwell (qui explicitent les effets de couplages entre les différents phénomènes et que respectent les dérivées partielles du deuxième ordre, du fait de l'approche thermodynamique choisie) jouant sur W^* , à savoir :

$$b = \frac{\partial A_m}{\partial \sigma} = \frac{\partial^2 (W^*)}{\partial \sigma \partial m} = \frac{\partial (\varepsilon - \varepsilon^{VP})}{\partial m} \dots\dots\dots (IV.16)$$

$$g = \frac{\partial A_s}{\partial \sigma} = \frac{\partial^2 (W^*)}{\partial \sigma \partial m_s} = \frac{\partial (\varepsilon - \varepsilon^{VP})}{\partial m_s}$$

Les équations (IV.13)-(IV.15) prennent alors en compte, à l'échelle macroscopique de modélisation, les couplages entre la déformation et, d'une part, l'hydratation, à travers le coefficient b , et, d'autre part, la microdiffusion dans les capillaires, à travers le coefficient g , ces deux coefficients étant définis par (IV.16).

De (IV.12), il est possible d'identifier E comme étant le module élastique du matériau, dont nous avons vu qu'il évolue avec la réaction d'hydratation, ce qui nous permet d'écrire :

$$E=E(m) \dots \dots \dots (IV.17)$$

Par suite, b , qui lie la variation de masse d'eau dans la réaction d'hydratation à la déformation qu'elle provoque, est assimilable à un coefficient de dilatation chimique, qu'il est possible de déduire d'une expérience où l'on enregistre la déformation sous contrainte σ nulle ; plus précisément, lorsqu'il est négatif (et qu'il y a avancement de la réaction d'hydratation, c'est-à-dire $dm > 0$), il rend compte du retrait endogène (plus exactement d'abord de la contraction Le Chatelier, puis du retrait endogène), dû au couplage chimico-mécanique :

$$d\varepsilon^{re} = bdm \dots \dots \dots (IV.18)$$

Rappelons ici (cf. I.1.2.3) que la consommation d'eau dans la réaction d'hydratation conduit effectivement à la formation de ménisques et de pressions capillaires, lesquels entraînent la contraction macroscopique du squelette, contraction qu'on désigne par retrait endogène. La relation (IV.18) peut éventuellement être non-linéaire, soit :

$$b=b(m) \dots \dots \dots (IV.19)$$

On néglige, ici, en première approche, tout couplage entre les phénomènes visqueux et le retrait endogène, bien que cette hypothèse soit manifestement trop forte : en effet, la mise en compression du squelette solide, du fait des tensions capillaires, donne lieu à des effets intrinsèques de fluage, même en l'absence de toute charge appliquée. Ainsi, le retrait endogène contient déjà une part de comportement visqueux. En l'absence d'informations supplémentaires, nous choisissons de négliger le dit-couplage.

Par analogie, g , qui lie les mouvements d'eau induits à court terme par la contrainte σ à la déformation qu'ils provoquent, est un coefficient qui rend compte (pour $dm_s < 0$) du raccourcissement lié à la déformation visqueuse à court terme :

$$d\varepsilon^{ve} = gdm_s \dots \dots \dots (IV.20)$$

L'effet de ces mouvements d'eau se fait sentir sur l'amplitude de la déformation du matériau d'autant plus que celui-ci est jeune et que le squelette est moins rigide. g dépend donc a priori de l'avancement de la réaction d'hydratation :

$$g=g(m) \dots \dots \dots (IV.21)$$

avec g fonction décroissante de l'avancement de la réaction d'hydratation.

C'est cette fonction g qui permet de décrire le vieillissement macroscopique de la déformation visqueuse à court terme, vieillissement dû à l'augmentation du volume d'hydrates, du fait de la poursuite de l'hydratation.

IV.2.3 LOIS D'ÉVOLUTION

Pour compléter la modélisation, il faut préciser les lois d'évolution, c'est-à-dire les équations supplémentaires qui précisent le lien entre les forces thermodynamiques et les vitesses des variables qui leur sont associées :

1. Admettre que la microdiffusion de l'eau à travers les couches d'hydrates est le mécanisme qui impose sa cinétique à la réaction d'hydratation revient à considérer \dot{m} comme étant une mesure du taux de diffusion. Ainsi, \dot{m} dépend du gradient microscopique entre l'eau libre et l'eau combinée, qui est traduit à l'échelle macroscopique par l'affinité chimique A_m de la réaction (IV.1).

Par ailleurs, la réaction d'hydratation du ciment est, rappelons-le, thermo-activée.

Dès lors, nous choisissons, pour la réaction d'hydratation, en première approximation, une loi d'évolution linéaire, du type Arrhenius :

$$A_m = k_d \dot{m} \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \dots \dots \dots (IV.22)$$

où E_a est l'énergie d'activation de la réaction d'hydratation et R la constante universelle des gaz parfaits. k_d est un terme de diffusion, qu'il est probablement plus réaliste de considérer comme dépendant de l'avancement de la réaction (IV.1) (i.e. $k_d = k_d(m)$), pour rendre compte de l'influence, sur la diffusion, de l'accroissement de l'épaisseur et de la densification de la couche d'hydrates au cours de l'hydratation.

Simplifions l'équation d'état (IV.14) grâce aux hypothèses de découplage suivantes :

H1. La contrainte n'induit qu'un déséquilibre thermodynamique négligeable entre l'eau libre et l'eau combinée dans les hydrates ; cette hypothèse est, a priori, vérifiée, excepté pour certaines applications technologiques, dans lesquelles des pressions élevées sont appliquées, susceptibles de modifier le processus d'hydratation (en particulier la nature des hydrates) [MORANVILLE-REGOURD 1992].

H2. N'ayant que peu d'informations sur les couplages chimico-visqueux de court et de long termes (traduits respectivement par les termes $\frac{\partial A_m}{\partial m_s}$ et $\frac{\partial A_m}{\partial \chi}$), nous les considérons, en première approximation, comme étant négligeables.

L'affinité A_m ne dépend alors que de l'avancement de la réaction d'hydratation et nous avons, par intégration :

$$A_m \approx A_{m_0} - a(m) \dots \dots \dots (IV.23)$$

où A_{m_0} désigne l'affinité initiale, qui exprime la différence des potentiels chimiques entre l'eau libre et le ciment anhydre, à l'origine du départ de la réaction d'hydratation (elle dépend notamment du rapport E/C et de la température initiale T_0) et $a(m)$ est une fonction de l'avancement de la réaction d'hydratation (avec $a(m) = - \int \frac{\partial A_m}{\partial m} dm$).

A l'équilibre thermodynamique, $\dot{m} = 0$ (m atteint sa valeur asymptotique m_∞); les équations (IV.22) et (IV.23) se conjuguent pour donner :

$$A_{m_0} = a(m_\infty) \dots \dots \dots (IV.24)$$

m_∞ ne dépend donc que de A_{m_0} .

L'équation d'équilibre (IV.24) permet donc de définir le degré d'hydratation de la façon suivante :

$$\xi(t) = \frac{m(t)}{m_\infty} \dots \dots \dots (IV.25)$$

ξ varie entre 0 et 1. On retrouve là une définition du degré d'hydratation similaire à celle employée par les chimistes.

Dès lors, (IV.22) devient, en utilisant le changement de variable $m \rightarrow \xi$:

$$\tilde{A}_m(\xi) = \frac{A_m}{k_d m_\infty} = \xi \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \dots \dots \dots (IV.26)$$

où \tilde{A}_m est l'affinité dite « normalisée », qui caractérise la cinétique macroscopique de la réaction d'hydratation du ciment dans les matériaux hydratants, et dont nous verrons, au paragraphe IV.3.1, qu'il est possible de la déterminer de façon simple à partir d'essais classiques. Pour un historique de température $T(t)$ donné, et en particulier pour $T(t)=T^*$, en isotherme, elle permet, par intégration de (IV.26), de déterminer l'évolution temporelle du degré d'hydratation ξ et, donc, de connaître l'état d'hydratation du matériau.

En particulier, si nous reprenons l'expression, présentée en I.1.2.2, de la maturité $\mu(t)$, communément employée pour caractériser le vieillissement accéléré sous une température donnée :

$$\mu(t) = \int_{t_0}^t \exp\left(\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T(s)}\right)\right) ds \dots\dots\dots (IV.27)$$

où T_0 est la température de référence pour laquelle la maturité coïncide avec le temps, nous avons, d'après (IV.26) :

$$\frac{d\xi}{d\mu} = \exp\left(-\frac{E_a}{RT_0}\right) \tilde{A}_m(\xi) \dots\dots\dots (IV.28)$$

dont se dégage une relation biunivoque entre μ et ξ , du type :

$$\xi = \xi(\mu) \dots\dots\dots (IV.29)$$

La maturité μ et le degré d'hydratation ξ , se révèlent donc être des variables d'état équivalentes.

Au passage, (IV.18) devient :

$$d\varepsilon^{re} = \beta d\xi \dots\dots\dots (IV.30)$$

avec $\beta = bm_\infty$.

La connaissance de $\xi(t)$ permet donc l'accès aux courbes $f_c(\xi)$, $E(\xi)$, ainsi que $\varepsilon^{re}(\xi)$.

2. De façon analogue, nous choisissons, en première approximation, une loi d'évolution linéaire pour le mouvement d'eau représenté par m_s :

$$A_s = \eta_s \dot{m}_s \dots\dots\dots (IV.31)$$

où η_s est un coefficient de diffusion qui caractérise le mouvement de l'eau dans le milieu poreux (A_s traduit, à l'échelle macroscopique, le déséquilibre dû au gradient de concentration, en quelque sorte, à l'échelle microscopique).

En utilisant (IV.29), (IV.15) devient :

$$dA_s = g(\xi)d\sigma - E_s dm_s \dots\dots\dots (IV.32)$$

en posant $E_s = -\frac{\partial A_s}{\partial m_s}$. Nous supposons linéaire le couplage entre l'affinité A_s et la variation de masse d'eau m_s , i.e. E_s est un coefficient, indépendant de m_s , que nous supposons constant (mais il n'est pas exclu de supposer $E_s = E_s(\xi)$).

L'équation (IV.32) s'écrit encore :

$$dA_s = d(g(\xi)\sigma) - \sigma \frac{\partial g}{\partial \xi} d\xi - E_s dm_s \dots\dots\dots(IV.33)$$

Si le terme $\frac{\partial g}{\partial \xi} d\xi$ est négligeable (i.e. si la fonction g ne dépend pas du degré d'hydratation ou bien si celui-ci n'évolue plus que très peu, ce qui est le cas pour un matériau mature), nous obtenons, d'après (IV.20) et en intégrant (IV.33) :

$$A_s = g(\xi)\sigma - \frac{1}{g(\xi)} E_s \varepsilon^{ve} \dots\dots\dots(IV.34)$$

ce qui, combiné avec (IV.31), donne :

$$\sigma - \tilde{E}_s \varepsilon^{ve} = \tilde{\eta}_s \dot{\varepsilon}^{ve} \dots\dots\dots(IV.35)$$

en posant $\tilde{E}_s = \frac{1}{g^2(\xi)} E_s$ et $\tilde{\eta}_s = \frac{1}{g^2(\xi)} \eta_s$.

L'équation (IV.35) est la loi classique d'un matériau viscoélastique du type Zener, illustrée sur la figure IV.2.

Ce modèle rhéologique classique est compliqué, malgré tout, par l'influence éventuelle, traduite par $g(\xi)$, de l'avancement de l'hydratation sur l'amplitude de la déformation visqueuse à court terme .

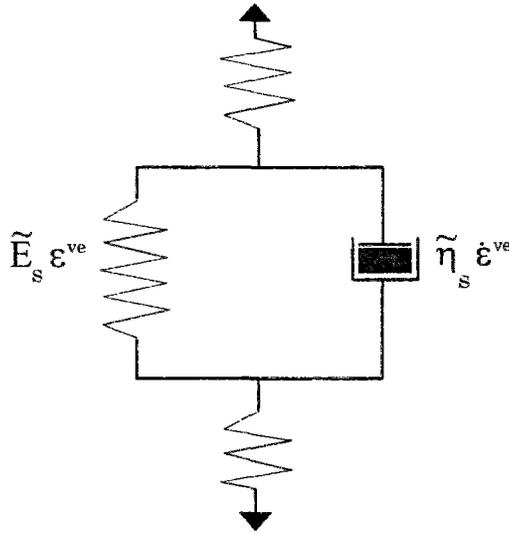


Figure IV.2. Modèle rhéologique du type Zener illustrant l'équation (IV.35)

3. Nous choisissons, pour la déformation visqueuse à long terme, une loi de type Maxwell, linéaire par rapport à la contrainte :

$$\sigma = \eta \dot{\epsilon}^{vp} \dots\dots\dots (IV.36)$$

En ce qui concerne le glissement visqueux relatif, on admet qu'il est lié à un mécanisme du type dislocation au niveau des parois des pores, en zones d'adsorption empêchée. Ce phénomène est a priori thermo-activé : une agitation thermique accrue est susceptible d'entraîner statistiquement un plus grand nombre de ruptures (de liaisons atomiques ou moléculaires, type Van der Waals ou pont hydrogène) et donc de favoriser les dislocations et les réarrangements locaux. Il est par ailleurs supposé indépendant de la contrainte macroscopique σ . On choisit dès lors une loi puissance du type :

$$\dot{\chi} = c \zeta^p \exp\left(-\frac{U}{kT}\right) \dots\dots\dots (IV.37)$$

où c et p sont des constantes, U est une énergie d'activation, k est la constante de Boltzmann ($k=1,36 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$) et T est la température absolue.

Dans notre cas, isotherme, $T=T^*$ où T^* est la température absolue de référence (293 K). Dès lors :

$$\dot{\chi} = \tilde{c} \zeta^p \dots\dots\dots (IV.38)$$

où $\tilde{c} = c \exp\left(-\frac{U}{kT^*}\right)$ est une constante.

Si l'on admet que le comportement visqueux de long terme est thermo-activé, avec une énergie d'activation telle que $\frac{E_v}{R} \approx 2700 \text{ K}$ (cf. I.2.2.5), une telle compatibilité implique d'identifier les termes $\frac{E_v}{R}$ et $\frac{U}{k}$.

Intégrons ici l'équation d'état (IV.13) relative à la force d'érouissage :

$$\zeta = -H\chi + \zeta_0(\xi) \dots \dots \dots (IV.39)$$

où $\zeta_0(\xi)$ désigne la force initiale, engendrée au cours de l'hydratation ; sa relaxation, du fait du glissement relatif visqueux χ , est prise en compte, de façon linéaire dans une première approche, grâce au coefficient, supposé constant, H ($H \geq 0$).

La dérivation de (IV.39), conjuguée avec (IV.38) et (IV.25), permet d'aboutir à :

$$\dot{\zeta} = \frac{\partial \zeta_0(\xi)}{\partial \xi} \dot{\xi} - \tau H \zeta^p \dots \dots \dots (IV.40)$$

ζ augmente donc avec l'avancement de la réaction d'hydratation et se relaxe selon le mécanisme de type dislocation.

Une relation supplémentaire est nécessaire qui doit établir la compatibilité des vitesses $\dot{\epsilon}^{vp}$ et $\dot{\chi}$, respectivement de la déformation visqueuse de long terme et du glissement visqueux relatif, ces deux phénomènes étant liés à l'échelle microscopique. Ceci doit se traduire, à l'échelle macroscopique, par une relation entre η et ζ . Nous choisissons de lier la vitesse de déformation visqueuse de long terme, rapportée à la contrainte macroscopique, à la vitesse de glissement visqueux, rapportée à la force ζ , selon la relation générale suivante :

$$\frac{1}{\eta} = \left(\frac{\dot{\chi}}{\zeta} \right)^k \dots \dots \dots (IV.41)$$

où k est une constante positive. Ceci s'écrit encore, d'après (IV.38) :

$$\frac{1}{\eta} = \left[\tilde{c} \zeta^{(p-1)} \right]^k \dots \dots \dots (IV.42)$$

Pour $p > 1$, la viscosité η augmente lorsque la force ζ diminue. Le vieillissement du comportement visqueux à long terme (augmentation de la viscosité η) est ainsi décrit comme étant la conséquence de la relaxation intrinsèque de ζ .

IV.3 ACCÈS MACROSCOPIQUE AUX PARAMÈTRES

Il s'agit maintenant d'évaluer les différents paramètres et fonctions de ce modèle, que nous rappelons dans le tableau suivant :

PHÉNOMÈNE	PARAMÈTRES / FONCTIONS
Hydratation	\tilde{A}_m, β
Comportement visqueux à court terme	E_s, η_s, g
Comportement visqueux à long terme	η, p, c, H

Tableau IV.1. Récapitulation des paramètres et fonctions du modèle

Ce paragraphe est l'occasion de montrer comment il est possible d'accéder à ces paramètres et fonctions à partir de résultats d'essais macroscopiques menés sur le matériau.

IV.3.1 CINÉTIQUE D'HYDRATATION : \tilde{A}_m

Nous ne disposons de la détermination du degré d'hydratation par des méthodes chimiques usuelles qu'aux deux échéances de 24 heures et de 90 jours (cf. III.1).

L'exploitation des couplages thermo-chimico-mécaniques, comme exposés en [ULM et al. 1995], nous permet cependant d'avoir un accès macroscopique à ce degré d'hydratation, à partir des résultats d'essais de calorimétrie adiabatique, de résistance en compression ou de module d'Young.

L'exploitation du couplage thermo-chimique, linéaire, permet de déterminer le degré d'hydratation à partir de l'élévation de température (due au caractère exothermique des réactions d'hydratation) dans une expérience adiabatique, selon :

$$\xi(t) = \frac{T^{ad}(t) - T_0}{T^{ad}(\infty) - T_0} \dots\dots\dots (IV.43)$$

où $T^{ad}(t)$ est la température adiabatique en fonction du temps, T_0 sa valeur initiale et $T^{ad}(\infty)$ sa valeur asymptotique.

L'utilisation de (IV.43) dans (IV.26) conduit à la loi de cinétique macroscopique d'hydratation sous la forme :

$$\tilde{A}_m(\xi) = \frac{1}{T^{\text{ad}}(\infty) - T_0} \dot{T}^{\text{ad}}(t) \exp\left(-\frac{E_a}{RT^{\text{ad}}(t)}\right) \dots\dots\dots(\text{IV.44})$$

où $\dot{T}^{\text{ad}}(t)$ désigne la dérivée de T^{ad} par rapport au temps et $\frac{E_a}{R} = 4500 \text{ K}$ comme déterminé en III.1.

Il est également possible de déterminer le degré d'hydratation à partir de la résistance en compression isotherme $f_c(t)$ du matériau, en exploitant la relation bilinéaire² entre la résistance en compression normalisée $\frac{f_c(t)}{f_c(\infty)}$ et ξ [TORRENTI 1992], comme illustré sur la figure IV.3.

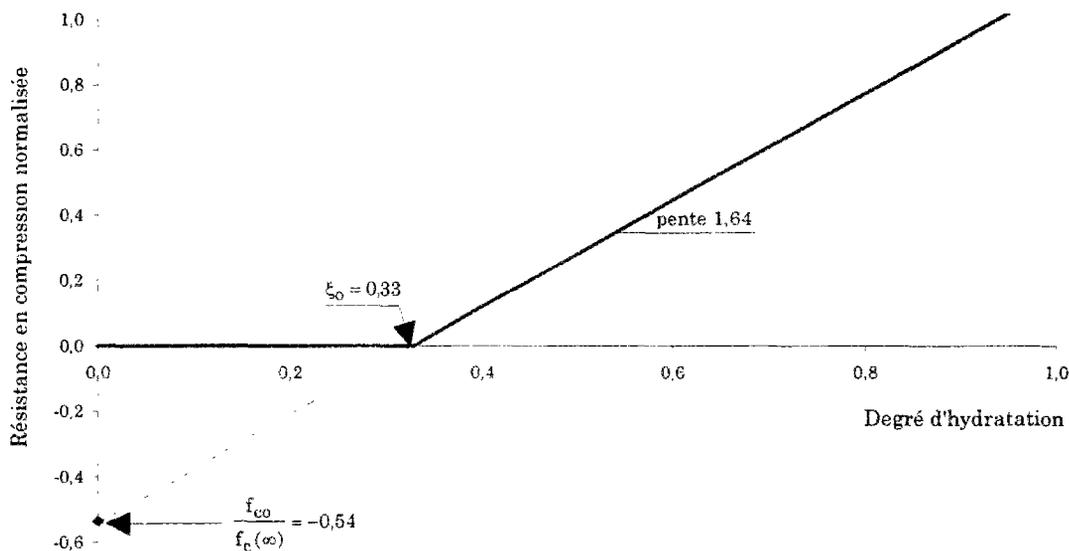


Figure IV.3. Relation bilinéaire entre le degré d'hydratation et la résistance en compression normalisée

On a alors :

$$\xi(t) = \frac{f_c(t) - f_{c0}}{f_c(\infty) - f_{c0}} \dots\dots\dots(\text{IV.45})$$

² Une relation, plus générale, de type parabolique semble plus adaptée au cas des bétons ([DE SCHUTTER et al. 1996]).

où $f_c(\infty)$ est la valeur asymptotique de la résistance en compression ; par ailleurs, f_{c0} est une valeur de référence (négative), qui correspondrait à un degré d'hydratation ξ nul. Les valeurs du degré d'hydratation seuil ξ_0 (qui dénote la prise et donc l'amorce des résistances mécaniques du matériau) et de la pente ont été calées à partir des résultats, présentés respectivement en III.2 et III.1, de résistance en compression et des degrés d'hydratation obtenus par DRX et ATG (dont on a tiré un comportement moyen).

La loi de cinétique macroscopique d'hydratation devient dans ce cas :

$$\tilde{A}_m(\xi) = \frac{1}{f_c(\infty) - f_{c0}} \dot{f}_c(t) \exp\left(\frac{E_a}{RT^*}\right) \dots\dots\dots (46)$$

où $\dot{f}_c(t)$ désigne la dérivée de la résistance en compression par rapport au temps, T^* est la température absolue de référence, égale à 293 K, et $\frac{E_a}{R} = 4500$ K.

Le module d'Young dépend lui aussi de l'avancement de la réaction d'hydratation. On pourrait ainsi, par analogie avec le cas de la résistance à la compression, obtenir le degré d'hydratation selon :

$$\xi(t) = \xi_0 + (1 - \xi_0) \left[\frac{E_p(t)}{E_p(\infty)} \right]^a \dots\dots\dots (IV.47)$$

La valeur du coefficient a est variable selon les auteurs et dépend notamment de la nature du matériau : [BOUMIZ et al. 1996] semblent montrer une relation du premier ordre (soit $a=1$) sur des pâtes de ciment ; pour des bétons, [GUTSCH et al. 1994] retiennent $a=2$, pendant que [DE SCHUTTER et al. 1996] exhibent des valeurs comprises entre 1,6 et 3,8.

Nous avons ainsi à notre disposition plusieurs moyens pour caractériser la cinétique macroscopique d'hydratation, grâce aux évolutions de la résistance en compression, du module d'Young ou de la température adiabatique. L'affinité normalisée qui traduit cette cinétique est représentée sur la figure IV.4. en fonction du degré d'hydratation : elle est ici maximale pour un degré d'hydratation proche de 0,1.

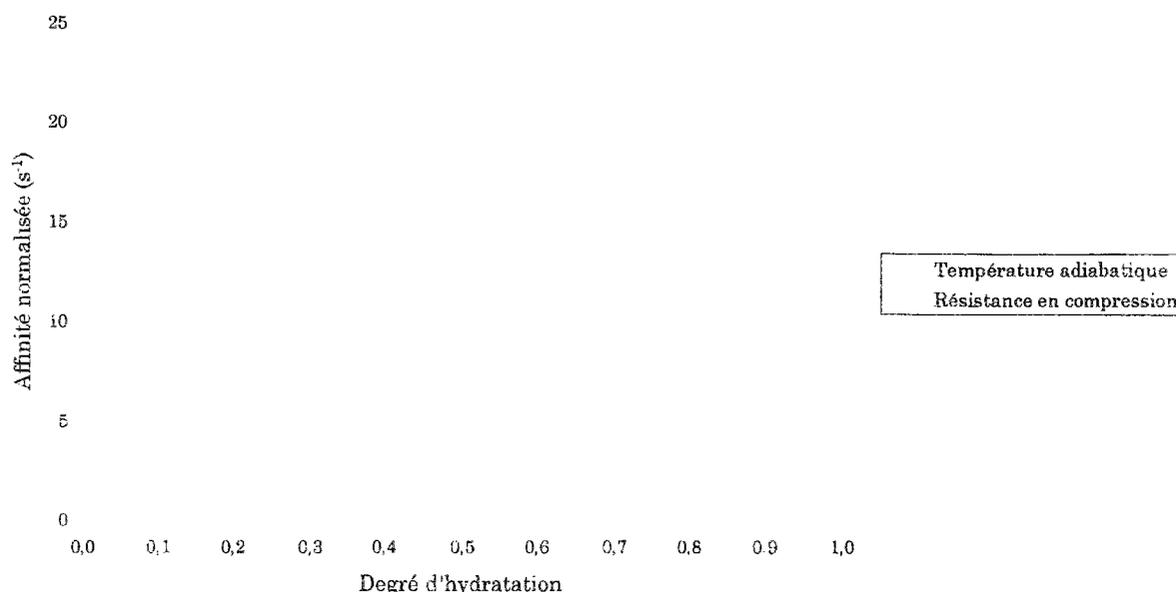


Figure IV.4. Affinité normalisée

En ce qui concerne le couplage chimico-mécanique, qui met en jeu le retrait endogène, son degré n'est pas très bien connu ; la détermination du degré d'hydratation est, de ce fait, incertaine (elle l'est d'autant plus que nous n'avons pas eu accès, lors de nos essais, à l'ensemble de la courbe de retrait endogène, notamment pour les premiers jours).

En revanche, la connaissance de la courbe $\xi(t)$, déterminée par intégration à partir de l'affinité normalisée, et, par ailleurs, de la courbe expérimentale $\varepsilon^{re}(t)$, nous permet d'avoir accès à la courbe $\varepsilon^{re}(\xi)$, dont une représentation typique est donnée en figure IV.5. Comme établi en (IV.30), la pente de cette courbe représente, au signe près, la valeur de $\beta = \beta(\xi)$. Cette valeur peut être considérée comme constante jusqu'à un degré d'hydratation relativement élevé (environ 0,7) ; au delà, la linéarité du couplage est perdue (on retrouve ce type de résultat sur béton dans [LAPLANTE 1993]).

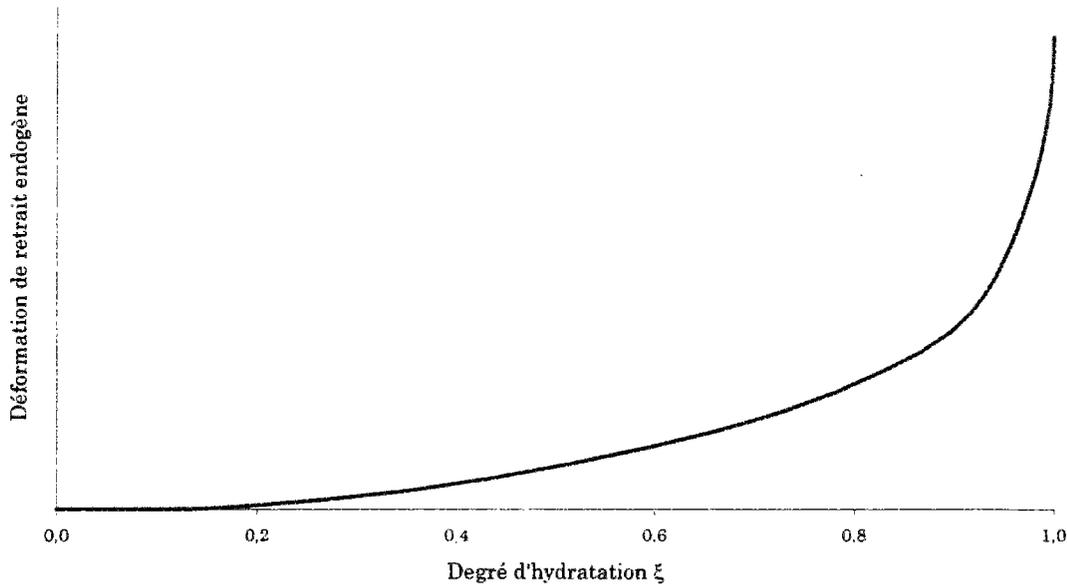


Figure IV.5. Retrait endogène en fonction du degré d'hydratation

Ici apparaît clairement l'intérêt de raisonner en degré d'hydratation plutôt qu'en maturité (dont on a montré en (IV.29) qu'ils sont liés par une relation univoque) : ξ est accessible macroscopiquement par intégration d'une fonction intrinsèque, elle-même facilement accessible grâce à des essais classiques relativement simples, alors que la signification de μ reste plus hasardeuse.

IV.3.2 CINÉTIQUE DE DÉFORMATION VISQUEUSE À COURT TERME

Reprenons l'équation d'état (IV.12), en tenant compte du changement de variable $m \rightarrow \xi$:

$$d\varepsilon - \beta d\xi = d\varepsilon^{VP} + \frac{1}{E} d\sigma + g dm_s \dots \dots \dots (IV.48)$$

L'accès au paramètre g nécessite de procéder à un essai dans lequel $d\sigma = 0$ et $d\varepsilon^{VP} = 0$. C'est le cas dans un essai de recouvrance, pour un déchargement total : il suffit de mesurer, sur une première éprouvette, la déformation de recouvrance après déchargement total, et de lui soustraire la déformation de retrait endogène, mesurée en parallèle sur une deuxième éprouvette. La déformation résultante est la déformation visqueuse de court terme.

Dans un tel essai de recouvrance, pour lequel $\sigma = 0$, (IV.35) se simplifie en :

$$-E_s \dot{\varepsilon}^{ve} = \eta_s \dot{\varepsilon}^{ve} \dots\dots\dots (IV.49)$$

équation différentielle dans laquelle le terme $g^2(\xi)$ n'apparaît plus, et qui peut encore s'écrire sous la forme :

$$\tau_s \dot{\varepsilon}^{ve} + \varepsilon^{ve} = 0 \dots\dots\dots (IV.50)$$

en posant $\tau_s = \frac{\eta_s}{E_s}$.

Ainsi, les essais de recouvrance nous donnent accès au temps caractéristique τ_s du phénomène visqueux de court terme, c'est-à-dire au vieillissement cinétique de ce phénomène ; ce vieillissement en cinétique est ici dissocié du vieillissement en amplitude, lié à la fonction g .

Rappelons ici que les temps caractéristiques de recouvrance, que nous avons pu exhiber en III.3.5, étaient de l'ordre de 50 heures, sans qu'il ait été possible de dégager une tendance avec l'évolution de l'âge du matériau ; ceci tendrait à poser :

$$\tau_s = \text{constante} \approx 50 \text{ h}$$

Cet ordre de grandeur de temps caractéristique semble cohérent avec le mécanisme que l'on a retenu pour ce phénomène à court terme ; en effet, si l'on imagine (cf. figure IV.1) que les grains anhydres de ciment, tous sphériques et identiques, sont arrangés périodiquement selon un réseau du type cubique simple et que leur hydratation se développe de façon concentrique, il est possible d'avoir une idée de l'ordre de grandeur du chemin « l » que devront parcourir, par microdiffusion, les molécules d'eau, « expulsées » des zones de contact entre les hydrates (où s'effectue le transfert de charge) vers des zones plus dégagées. Le temps caractéristique τ_s de microdiffusion s'en déduit selon $\tau = \frac{l^2}{D}$ où D est le coefficient de diffusivité hydrique.

Si l'on s'appuie sur les travaux de [HUA 1992], l'ordre de grandeur de « l », correspondant à un rapport E/C = 0,5 et un diamètre initial des grains de ciment de 20 μm , serait de 20 μm pour une trajectoire géodésique ; cette valeur, qui ne prend pas en compte la géométrie du réseau poreux (tortuosité, connectivité), sous-estime, sans nul doute largement, la réalité. Pour un coefficient D correspondant à une diffusion de surface ($D \approx 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à $10^{-14} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ [XI et al. 1994]), on obtient un temps caractéristique τ_s de l'ordre de quelques dizaines d'heures.

La constance³ du temps caractéristique τ_s ne constitue qu'une première approche : du fait de la croissance périphérique des hydrates et de la réduction de la taille des pores, il est probable que τ_s évolue avec l'hydratation. Une analyse plus approfondie est

³ La constance de τ_s n'implique ni celle de E_s , ni celle de η_s .

nécessaire, pour déterminer cette évolution, ce qui revient à déterminer les évolutions respectives et relatives de E_s et η_s .

Par ailleurs, pour un délai après chargement très supérieur au temps caractéristique τ_s , le phénomène donnant lieu à la déformation visqueuse à court terme est quasiment inopérant. Nous avons dès lors $\dot{\epsilon}^{ve} \rightarrow 0$ (ϵ^{ve} atteint sa valeur asymptotique ϵ_{∞}^{ve}). En particulier, au déchargement τ_d , tel que $\tau_d - \tau_c \gg \tau_s$, nous avons, d'après (IV. 35) :

$$\frac{g^2(\tau_d)}{E_s} = \frac{\epsilon_{\infty}^{ve}}{\sigma} \dots\dots\dots(IV.51)$$

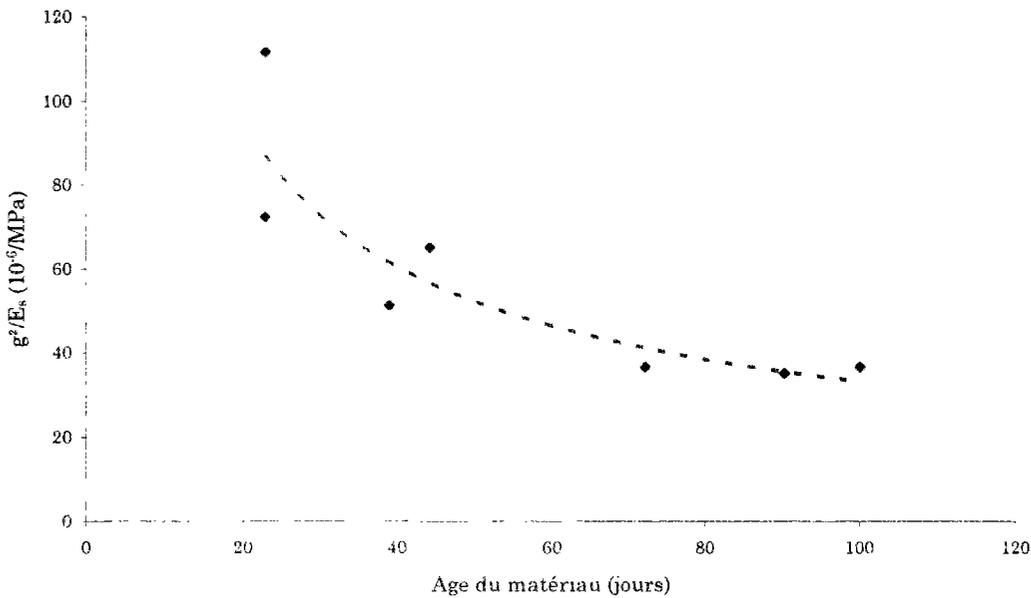


Figure IV.6. Allure de la courbe $\frac{g^2(t)}{E_s}$
(approchée par $20.10^{-6} + 50.10^{-6} \exp(-t/60)$, avec t en jours)

Pour plusieurs âges de déchargement, on a donc accès à la courbe $\frac{g^2(t)}{E_s}$, dont l'allure, obtenue à partir de nos résultats expérimentaux (sont exclus les résultats relatifs au premier déchargement de la série S5, trop précoce par rapport au chargement antérieur) est représentée sur la figure IV.6.

L'effet de vieillissement en amplitude semble très marqué (décroissance très rapide de $\frac{g^2(t)}{E_s}$) jusqu'à un âge de 2 mois, avant de se stabiliser au delà.

IV.3.3 CINÉTIQUE DE DÉFORMATION VISQUEUSE À LONG TERME

Nous avons déjà répondu partiellement à ce problème lors du chapitre précédent, dans lequel nous avons établi que la déformation visqueuse spécifique, i.e. $\frac{1}{\eta}$, évoluait⁴ selon la loi :

$$\frac{1}{\eta} = At^{-B} \dots\dots\dots (IV.52)$$

avec $A = 1113 \text{ MPa}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ et $B = 1,48$.

Revenons-en ici à la loi de relaxation de ζ (équation (IV.40)). Si l'on se place à long terme, i.e. pour une hydratation très avancée et, de ce fait, très ralentie ($\dot{\xi} \rightarrow 0$), nous obtenons l'équation différentielle suivante :

$$\dot{\zeta} + \tilde{c}H\zeta^p = 0 \dots\dots\dots (IV.53)$$

de solution :

$$\zeta^{1-p} = (p-1)\tilde{c}Ht \dots\dots\dots (IV.54)$$

qui lie la force ζ au temps physique t .

Ceci permet d'accéder à la cinétique macroscopique du comportement visqueux à long terme, par l'intermédiaire de η . En effet, en combinant (IV.52) et (IV.54), on obtient :

$$\frac{1}{\eta} = [(p-1)Ht]^{-k} \dots\dots\dots (IV.55)$$

ce qui nous permet tout d'abord d'identifier k avec B , et, dès lors, d'obtenir la relation suivante entre H et p :

$$[(p-1)H]^{-B} = A \dots\dots\dots (IV.56)$$

⁴ Nous préférons revenir à l'âge réel t du matériau (d'autant que, en isotherme, il est confondu avec la maturité μ), afin de bien dissocier le comportement visqueux à long terme de tout effet lié à la thermo-activation de la réaction d'hydratation.

On attribue volontiers à p la valeur 2, au sens où : « *In numerical simulations, the value $p=2$ was found to work well.* » [BAZANT et al. 1996]. La signification physique de ce paramètre p est vraisemblablement liée à la topologie fractale du gel d'hydrates et au réarrangement, à long terme et à l'échelle locale, de l'interface matière / porosité (cf. I.1.2.1) [MAGGION 1992].

Pour $p = 2$, on obtient, dans notre cas, $H \approx 1 \%$ et $\eta \propto \zeta^{-1,48}$, comme illustré sur la figure IV.7 :

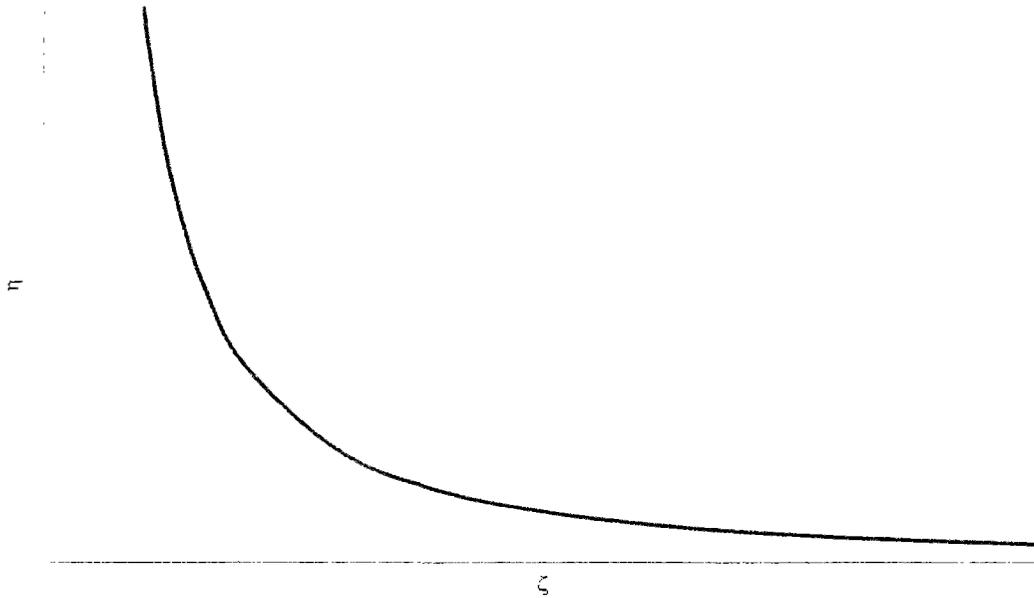


Figure IV.7. Dépendance de la viscosité η vis-à-vis de ζ

En guise de récapitulation, nous complétons le tableau IV.1, en indiquant les essais nécessaires à l'accès macroscopique aux paramètres et fonctions du modèle.

PHÉNOMÈNE MACROSCOPIQUE	MÉCANISME PHYSIQUE	PARAMÈTRES ET FONCTIONS	TYPE D'ESSAIS PERMETTANT L'ACCÈS MACROSCOPIQUE AUX PARAMÈTRES ET FONCTIONS
Evolution des caractéristiques mécaniques Retrait endogène	Hydratation du ciment anhydre : ⇒ diffusion d'eau à travers les couches d'hydrates	\tilde{A}_m affinité normalisée	calorimétrie adiabatique → $T^{ad}(t)$ ou résistance en compression → $f_c(t)$ ou module d'Young → $E(t)$
	⇒ autodessiccation		β
Fluage de court terme	Comportement visqueux à court terme : ⇒ redistribution, sous contrainte, de l'eau vers les capillaires	E_s, η_s	recouvrance (décharge totale) pour divers âges de déchargement
		g	fluage puis recouvrance (avec durée sous charge $\gg \tau_s$)
Fluage de long terme	Comportement visqueux à long terme : glissements dans les hydrates	η	fluage de longue durée (représentation en échelle logarithmique du temps)
		p, c, H	(liés à η par la relation de compatibilité (IV.41))

Tableau IV.2. Accès aux paramètres et fonctions du modèle

IV.4 ALGORITHME DE RÉOLUTION NUMÉRIQUE

Si nous supposons indépendants les divers types de déformation, l'incrément de déformation totale s'écrit, à l'instant t , sous la forme suivante :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^{\text{élastique}} + \dot{\epsilon}^{\text{retrait endogène}} + \dot{\epsilon}^{\text{ve}} + \dot{\epsilon}^{\text{vp}} \dots \dots \dots \text{(IV.57)}$$

Si le temps t est discrétisé, l'équation (IV.57) est approximée sur l'intervalle $[t_i ; t_{i+1}]$, tel que $\Delta t_i = t_{i+1} - t_i$ ($i = 0 ; 1 \dots$), par :

$$\Delta \varepsilon_i = \Delta \varepsilon_i^{\text{élastique}} + \Delta \varepsilon_i^{\text{retrait endogène}} + \Delta \varepsilon_i^{\text{ve}} + \Delta \varepsilon_i^{\text{vp}} \dots \dots \dots \text{(IV.58)}$$

Sur l'intervalle $[t_i ; t_{i+1}]$, nous avons :

$$\xi_{i+1} - \xi_i = \tilde{A}_{mi} \exp\left(-\frac{E_a}{RT_i}\right) \Delta t \dots \dots \dots \text{(IV.59)}$$

où nous notons $\tilde{A}_{mi} = \tilde{A}(t_i)$ et $T_i = T(t_i)$ les valeurs respectives de l'affinité normalisée et de la température, que nous supposons constantes sur l'intervalle $[t_i ; t_{i+1}]$ (suffisamment petit) ; dans le cas isotherme, on a effectivement $T_i = \text{constante} = T^*$.

Précisons maintenant chacun des termes du membre de droite de l'équation (IV.58), à savoir les incréments des diverses déformations, sur l'intervalle $[t_i ; t_{i+1}]$:

$$\Delta \varepsilon_i^{\text{élastique}} = \frac{\Delta \sigma_i}{E_i} = \frac{(\sigma_{i+1} - \sigma_i)}{E_i} \dots \dots \dots \text{(IV.60)}$$

où nous notons $E_i = E(\xi_i)$ la valeur du module, que nous supposons constante sur l'intervalle $[t_i ; t_{i+1}]$ (suffisamment petit) ;

$$\Delta \varepsilon_i^{\text{retrait endogène}} = \beta_i \Delta \xi_i = \beta_i (\xi_{i+1} - \xi_i) \dots \dots \dots \text{(IV.61)}$$

où nous notons $\beta_i = \beta(\xi_i)$ la valeur de β , que nous supposons constante sur l'intervalle $[t_i ; t_{i+1}]$ (suffisamment petit) ;

$$\Delta \varepsilon_i^{\text{vp}} = \frac{\Delta t_i}{\eta_i} \sigma_i \dots \dots \dots \text{(IV.62)}$$

où nous notons $\eta_i = \eta(\zeta_i)$ la valeur de η et $\sigma_i = \sigma(t_i)$ la valeur de σ , valeurs que nous supposons constantes sur l'intervalle $[t_i ; t_{i+1}]$ (suffisamment petit) ; de plus, nous notons $\zeta_i = \zeta(t_i)$, sachant que :

$$\zeta(t_i) = \left[(p-1) \tilde{c} H t_i \right]^{\frac{1}{1-p}} \dots \dots \dots \text{(IV.63)}$$

En ce qui concerne la déformation visqueuse à court terme, nous avons, d'après (IV.31), (IV.32) et (IV.20), et en première approximation :

$$\sigma_i - \tilde{E}_{s(i)}(\varepsilon_i^{ve} + \Delta\varepsilon_i^{ve}) = \frac{\tilde{\eta}_{s(i)}}{\Delta t_i} \Delta\varepsilon_i^{ve} \dots\dots\dots(IV.64)$$

où nous notons $\tilde{E}_{s(i)} = (\frac{E_s}{g^2})(\xi_i)$ et $\tilde{\eta}_{s(i)} = (\frac{\eta_s}{g^2})(\xi_i)$, la valeur des fonctions $\frac{E_s}{g^2}$ et $\frac{\eta_s}{g^2}$, valeurs supposées constantes sur l'intervalle (suffisamment petit).

Ceci s'écrit encore, en posant $\tau_s = \frac{\tilde{\eta}_{s(i)}}{\tilde{E}_{s(i)}}$, ainsi que $\sigma_{s(i)} = \tilde{E}_{s(i)} \varepsilon_i^{ve}$:

$$\Delta\varepsilon_i^{ve} = \frac{\sigma_i - \sigma_{s(i)}}{\tilde{E}_{s(i)}(1 + \frac{\tau_s}{\Delta t_i})} \dots\dots\dots(IV.65)$$

Au final, (IV.58) devient :

$$\Delta\sigma_i = E_i \left[\Delta\varepsilon_i - \beta_i \Delta\xi_i - \frac{\Delta t_i}{\eta_i} \sigma_i - \Delta\varepsilon_i^{ve} \right] \dots\dots\dots(IV.66)$$

Ainsi, en supposant connues les valeurs de σ_i , $\sigma_{s(i)}$, ε_i , ε_i^{ve} , ε_i^{vp} au début de chaque intervalle de temps, il s'agit d'abord d'évaluer $\Delta\varepsilon_i^{vp}$, $\Delta\varepsilon_i^{ve}$, puis de résoudre (IV.66) en spécifiant la valeur de l'incrément de contrainte imposé par l'historique de chargement suivi ; dès lors, il est possible d'évaluer $\varepsilon_{i+1} = \varepsilon_i + \Delta\varepsilon_i$, $\varepsilon_{i+1}^{vp} = \varepsilon_i^{vp} + \Delta\varepsilon_i^{vp}$, $\varepsilon_{i+1}^{ve} = \varepsilon_i^{ve} + \Delta\varepsilon_i^{ve}$ et $\sigma_{s(i+1)} = \sigma_{s(i)} + \tilde{E}_{s(i)} \Delta\varepsilon_i^{ve}$; on procède ainsi par itérations successives, pas de temps par pas de temps.

Voici, présenté en figure IV.8, un exemple de calcul, simulant l'essai mené sur l'éprouvette S1 (4), avec un chargement sous 3,18 MPa à 2 jours et un déchargement total à 44 jours, où apparaît la déformation mécanique, ainsi que ses composantes VP et VE.

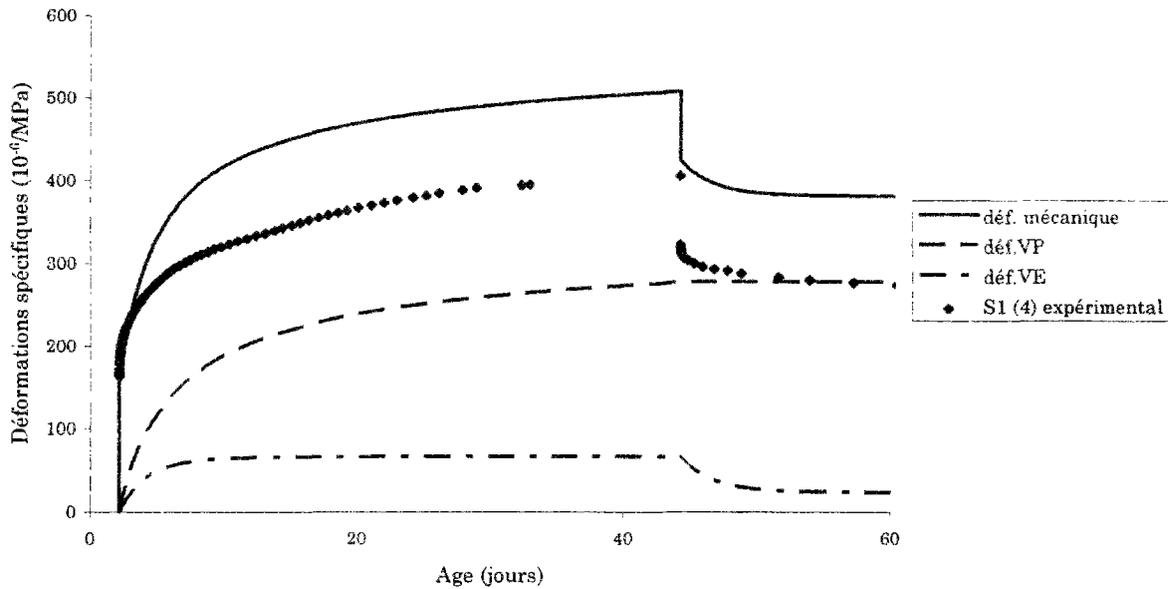


Figure IV.8. Exemple de calcul

La simulation est correcte du point de vue de la cinétique de la déformation. Elle l'est moins du point de vue de l'amplitude (le calcul surestime d'environ 30 % la déformation mécanique sur la durée du chargement ; cette surestimation se retrouve au niveau de la recouvrance) : les valeurs des paramètres A et B choisies pour cette simulation (respectivement $1113 \text{ MPa} \cdot \text{h}^{-1}$ et 1,48) proviennent de leur détermination directe sur la figure III.27 ; or, elles devraient être déterminées sur la courbe exprimant, en échelle logarithmique, la vitesse $\dot{\epsilon}_s^v - \dot{\epsilon}_s^{ve}$ (ou du moins $\dot{\epsilon}_s^v - \dot{\epsilon}_s^{rec}$, où ϵ_s^{rec} désigne la déformation de recouvrance spécifique expérimentale⁵) en fonction de la maturité. A ce stade, nous disposons de trop peu de résultats corrects pour tracer cette dernière courbe et avoir une meilleure détermination de A et B.

La logique aurait voulu qu'une étude paramétrique, ainsi que d'autres comparaisons entre le calcul par ce modèle et les résultats expérimentaux, clôturent ce chapitre. Mais nos résultats expérimentaux ne sont pas suffisamment exploitables pour aller plus loin ; en particulier, les informations sur le comportement visqueux de court terme sont trop succinctes du point de vue quantitatif. Nous en resterons à ce stade de réflexions indicatrices, en espérant avoir été suffisamment clairs sur le fonctionnement du modèle, qui est fondé sur un nombre restreint de paramètres.

Une prédiction quantitative, en particulier pour des historiques de chargement complexes, ne nous paraît accessible qu'à l'issue d'autres campagnes expérimentales, pour lesquelles une plus grande qualité des mesures doit être obtenue. Insistons ici, en particulier, sur l'importance que semblent revêtir les essais de recouvrance dans la possibilité qu'ils offrent d'identifier un certain nombre de paramètres du modèle, et

⁵ Cette différence est effectuée par rapport au délai écoulé après la sollicitation (i.e. on fait se coïncider les âges de chargement et de déchargement).

notamment dans la dissociation des deux types de comportement visqueux, à court et à long terme.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

L'objectif de cette étude est d'apporter une contribution à la modélisation du comportement sous charge de longue durée du béton (on se limite au domaine des faibles contraintes, conduisant à un comportement linéaire), modélisation fondée sur les mécanismes physicochimiques qui régissent ce comportement au sein de la microstructure du matériau, de l'état d'hydratant à celui d'hydraté.

Insistons ici sur le fait qu'il ne s'agit pas ici de participer à la traditionnelle césure modèle (explicatif) pour le chercheur / modèle (phénoménologique) pour l'ingénieur. L'ingénieur est tout autant demandeur de qualité, d'efficacité et de techniques de pointe ; cependant, ses obligations industrielles lui rendent nécessaire une certaine intégration des réflexions théoriques et des résultats avancés dans des outils, de calcul essentiellement, « prêts à l'emploi ». Ceci est un travail à mener en parallèle.

Nous avons choisi d'engager cet effort de modélisation (de moins en moins inhabituel parce qu'intellectuellement plus naturel) dans un cadre théorique général, issu de la thermodynamique des milieux poreux réactifs, cadre qui s'est révélé adapté à la prise en compte explicite, à l'échelle macroscopique, des phénomènes qui agissent à l'échelle microscopique. C'est l'aspect cinétique qui assure un lien significatif entre les deux échelles évoquées.

L'élaboration du modèle implique de déterminer quels phénomènes celui-ci doit être capable de simuler, par l'intermédiaire de paramètres à définir et à déterminer. L'analyse bibliographique et la campagne expérimentale que nous avons menées nous y ont aidé, en nous apportant, d'abord, les éclairages nécessaires sur les processus physicochimiques et les changements microstructuraux au sein du matériau, ainsi que l'évidence phénoménologique de son comportement macroscopique, et en nous permettant, ensuite, de formuler un certain nombre d'hypothèses physiquement cohérentes.

PRINCIPAUX RÉSULTATS OBTENUS

En ce qui concerne le travail expérimental, les essais sur pâte de ciment se sont révélés entachés d'incertitudes. Celles-ci portent essentiellement sur la mesure des déformations de retrait, que les défauts des méthodes de protection contre la dessiccation ne nous ont pas permis de considérer comme réellement endogène ; elles se

sont, par construction répercutées sur les mesures des déformations visqueuse et de recouvrance.

Ces incertitudes sont trop fortes pour nous permettre de répondre quantitativement au problème qui nous était posé, i.e. d'aller jusqu'à la détermination des paramètres d'un modèle, qui aurait permis sa validation.

De manière qualitative, les principaux résultats obtenus sont les suivants :

- En particulier pour un matériau en cours d'hydratation, il est préférable, parce que plus physique, de travailler sur la déformation visqueuse, plutôt que sur la déformation de fluage.
- La déformation visqueuse peut être décomposée en une déformation de court terme et une déformation de long terme ; ceci est en accord avec les résultats d'autres chercheurs.

La déformation visqueuse de court terme se développe très rapidement et se stabilise en quelques dizaines d'heures après le chargement.

La déformation visqueuse de long terme, qui agit sur une échelle de temps significativement plus grande, semble indépendante de l'âge de chargement, ainsi que de l'histoire des contraintes.

- Les mécanismes, temporellement distincts, qui sont associés à ces déformations visqueuses, sont manifestement attachés à deux espaces poreux différents : l'espace capillaire, pour le mécanisme à court terme, et un espace de pores d'un ordre de grandeur inférieur, vraisemblablement les pores du gel d'hydrates, pour celui qui agit à long terme.
- Le développement de la déformation visqueuse de court terme est suffisamment semblable à celui de la déformation de recouvrance, pour que l'on puisse en associer les origines. Les essais de recouvrance apparaissent une voie prometteuse pour la dissociation des deux composantes du comportement visqueux, et pour la séparation des deux mécanismes sous-jacents.

Ces résultats alimentent le modèle que nous proposons, modèle qui tient compte à la fois de l'hydratation et de deux mécanismes visqueux, par l'intermédiaire d'un nombre limité de paramètres et de fonctions :

- La cinétique de l'hydratation est considérée comme étant imposée par la microdiffusion de l'eau (et des ions qu'elle contient) à travers les couches d'hydrates formées autour des grains de ciment anhydre ; c'est la combinaison de l'eau libre et la formation des hydrates qui est le mécanisme microscopique responsable de l'évolution des caractéristiques mécaniques macroscopiques.
- Le comportement visqueux de court terme est attribué à une redistribution, induite par la charge appliquée, de l'eau évaporable au sein des espaces capillaires.
- Le comportement visqueux de long terme est attribué à un mouvement de glissement relatif entre les surfaces solides d'hydrates, mouvement qui serait dû à un processus de dislocation (rupture, propagation et reformation de liaisons) au niveau des zones d'adsorption empêchée, et plus généralement dans les nanopores.

Nous avons montré que les paramètres et fonctions du modèle sont accessibles, grâce à des essais classiques (essais de résistance en compression et de module, essais de retrait endogène), sans toutefois, par manque de résultats précis (et manque de temps) avoir pu les quantifier. Soulignons ici l'importance des essais de recouvrance, qui permettent

d'avoir accès aux paramètres de vieillissement, à la fois en cinétique et en amplitude, du phénomène visqueux de court terme.

Certes, ce travail n'est pas abouti, en ce sens qu'il n'en résulte pas un modèle complètement validé. Mais nous avons tenté de (re)mettre sur rails un débat de fond sur l'analyse des mécanismes à l'échelle microscopique et la modélisation physique macroscopique du fluage, et de montrer qu'il était possible de jeter un pont entre les deux échelles en question. Les difficultés expérimentales sur lesquelles nous avons buté nous paraissent surmontables. La perspective d'un aboutissement de la démarche est donc aujourd'hui réaliste, qui passe par la résolution de problèmes liés à des techniques expérimentales. L'obtention d'un modèle de fluage robuste et performant est à ce prix.

QUESTIONS EN SUSPENS ET PERSPECTIVES

Concernant le travail expérimental, il s'agit d'améliorer l'essai de retrait et de fluage sur pâte de ciment, du point de vue de la protection contre toute dessiccation, d'une part, et du point de vue de l'ancrage des casques dans la pâte de ciment, d'autre part (afin de permettre une mesure directe de la déformation instantanée initiale).

Dès lors que cet essai donnera des résultats concluants, mener d'autres campagnes d'essais de fluage, privilégiant l'étude de la recouvrance et du vieillissement, en amplitude et en cinétique, de la déformation visqueuse, devrait pouvoir permettre, entre autres :

- de confirmer la similitude, en amplitude et en cinétique, entre la déformation visqueuse de court terme et la recouvrance, et de quantifier ces déformations ;
- de voir si les lois d'évolution des vitesses de déformation visqueuse spécifique pour des âges de chargement tardifs respectent la loi observée avec les chargements précoces.

Dès lors que l'accès quantitatif aux paramètres et fonctions du modèle sera autorisé, il y aura lieu de calibrer, puis de valider celui-ci, en particulier sur des historiques de contrainte complexes, grâce à l'algorithme de résolution proposé.

La voie est également ouverte à la prise en compte effective de couplages que nous avons, dans une première approche, négligés, en particulier le couplage entre le retrait endogène et les phénomènes visqueux.

Si le mécanisme de redistribution de l'eau dans le milieu poreux, que nous avons associé au phénomène visqueux de court terme, est plausible, sans doute le mécanisme de dislocation n'est-il retenu, pour l'explication du phénomène visqueux à long terme, que faute d'informations microstructurelles précises. Les techniques d'investigation (physiques et chimiques, qui progressent aujourd'hui très vite, à des échelles de plus en plus petites) seront, à n'en pas douter, d'une grande utilité.

Le modèle peut être complexifié à loisir (par degrés successifs, après validation de chaque étape), pour la prise en compte d'autres phénomènes, telles que la fissuration et la dessiccation, cette dernière intervenant, vraisemblablement, de façon prépondérante sur le phénomène visqueux à court terme.

Quand on en sera là... il sera essentiel de progresser en parallèle avec la pratique, qui seule peut apporter la validation à chaque étape.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ABIAR G. [1986]

Cinétique de dessiccation et déformations différées du béton : analyse et modélisation
Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

ACKER P. [1988]

Comportement mécanique des bétons : apports de l'approche physico-chimique
Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris - Rapport de recherche des laboratoires des Ponts et Chaussées n° 152

ACKER P., LAU M.Y., COLLET F. [1989]

Comportement différé du béton : validation expérimentale de la méthode du temps équivalent
Bulletin de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées, 163, pp. 34-39

AFREM [1996]

Extension du domaine d'application des règlements de calcul BAEL/BPEL aux bétons à 80 MPa
Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées, Spécial XIX, BHP

ALFORDN. MCN., RAHMAN A.A. [1981]

An assessment of porosity and pore sizes in hardened cement paste
Journal of Materials Science, vol. 16, n° 11, pp. 3105-3114

ANSON M., NEWMAN K. [1966]

The effect of mix proportions and method of testing on Poisson's ratio for mortars and concretes
Magazine of Concrete Research, vol. 18, n° 56, pp. 115-130

ASH J.E., HALL M.G., LANGFORD J.I., MELLAS M. [1993]

Estimations of degree of hydration of Portland cement pastes
Cement and Concrete Research, vol. 23, pp. 399-406

ATTOLOU A., BELLOC A., TORRENTI J-M. [1989]

Méthodologie pour une nouvelle protection du béton vis-à-vis de la dessiccation
Bulletin de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées, n° 164, pp. 85-86

BAROGHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T. [1993]

Caractérisation de la texture d'un béton durci à partir des isothermes de sorption de vapeur d'eau

Bulletin de liaison des Ponts et Chaussées, n° 187, pp. 69-75

BAROGHEL-BOUNY V. [1994]

Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances

Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

BAZANT Z.P., ASGHARI A.A., SCHMIDT J. [1961]

Experimental study of creep of hardened Portland cement paste at variable water content

Materials and Structures, vol. 9, n° 52, pp. 279-290

BAZANT Z.P. [1972]

Thermodynamics of hindered adsorption and its implications for hardened cement paste and concrete

Cement and Concrete Research, vol. 2, n° 1, pp. 1-16

BAZANT Z.P., HEMANN J.H., KOLLER H., NAJJAR L.J. [1973]

A thin-wall cement paste cylinder for creep tests at variable humidity or temperature

Materials and Structures, vol. 6, n° 34, pp. 277-281

BAZANT Z.P., CHERN J.C. [1985]

Triple power law for concrete creep

Journal of Engineering Materials, vol. III, n° 4, pp. 63-83

BAZANT Z.P., PRASANNAN S. [1989a]

Solidification theory for concrete creep : I. Formulation

Journal of Engineering Mechanics, vol. 115, n° 8, pp. 1691-1703

BAZANT Z.P., PRASANNAN S. [1989b]

Solidification theory for concrete creep : II. Verification and application

Journal of Engineering Mechanics, vol. 115, n° 8, pp. 1704-1725

BAZANT Z.P. [1995]

Creep and damage in concrete

in *Materials Science of Concrete IV*, edited by J. Skalny & S. Mindess, American Ceramic Society, Westerville, Ohio

BAZANT Z.P., HAUGGAARD A.B., BAWEJA S., ULM F.-J. [1996]

Microprestress-solidification theory for aging and drying effects on concrete creep

Report N° 95-12/603m, Department of Civil Engineering, Northwestern University, Evanston

BEAUDOIN J.J., BROWN P.W. [1992]

The structure of hardened cement paste

in *Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cement*, New Delhi, India, thème III.C : Structural models for hydrated cement pastes, vol. 1, pp. 485-525

BEAUDOIN J., FELDMAN R.F., TUMIDAJSKI P.J. [1994]
Pore structure of HPCPs and its influence on properties
Advanced Cement Based Materials, vol. 1, n° 5, pp. 224-236

BENTUR A., MILESTONE N.B., YOUNG J.F. [1978]
Creep and drying shrinkage of calcium silicate pastes : II. Induced microstructural and chemical changes
Cement and Concrete Research, vol. 8, pp. 721-732

BENTUR A., BERGER R.L., LAWRENCE F.V., MILESTONE N.B., MINDESS S., YOUNG J.F. [1979]
Creep and drying shrinkage of calcium silicate pastes : III. A hypothesis of irreversible strains
Cement and Concrete Research, vol. 9, pp.83-96

BIOLZI L., TOGNON G. [1987]
Influenza dell' umidità sul comportamento viscoso della pasta di cemento
in *Atti del XV Convegno nazionale dell' associazione Italiana per l'analisi delle sollecitazioni*, Pisa, Italy, pp. 439-452

BISSONNETTE B., PIGEON M. [1995]
Tensile creep at early ages of ordinary, silica fume and fiber reinforced concretes
Cement and Concrete Research, vol. 25, n° 5, pp. 1075-1085

BOGUE R-H. [1955]
Chemistry of Portland cement
New York, Rheinhold

BOULAY C., COLSON A. [1981]
Un extensomètre à béton éliminant l'influence des déformations transversales sur la mesure des déformations longitudinales
Materials and Structures, vol. 14, n° 79, pp. 35-38

BOUMIZ A., VERNET C., COHEN TENOUDJI F. [1996]
Mechanical properties of cement pastes and mortars at early ages
Advanced Cement Based Materials, n° 3, pp. 94-106

BPEL [1991]
Règles techniques de conception et de calcul des ouvrages et constructions en béton précontraint par la méthode des états-limites, fascicule 62 du CCTG, Règlement français

VAN BREUGEL K. [1991]
Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement-based materials
PhD thesis, Delft

BROOKS J.J., NEVILLE A.M. [1977]
A comparison of creep, elasticity, and strength of concrete in tension and in compression
Magazine of Concrete Research, vol. 29, n° 100, pp. 131-141

BROWN N. H., HOPE B.B. [1976]

The creep of hydrated cement paste
Cement and Concrete Research, vol. 6, pp. 475-486

BUIL M. [1979]

Contribution à l'étude du retrait de la pâte de ciment durcissante
Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris - Rapport de recherche des laboratoires des Ponts et Chaussées n° 92

BUIL M. [1990]

Comportement physico-chimique du système ciment-fumées de silice
Annales de l'ITBTP, n° 483, pp. 19-29

BYFORS J. [1980]

Plain concrete at early ages
CBI research report, F 3:80, Swedish Cement and Concrete Institute, Stockholm

CEB-FIP Model Code [1990]

Comité Euro-International du Béton, Bulletin d'information n° 213/214, Tomas Telford, London, May 1993

COOK D.J., CHINDRAPRASIRT P. [1980]

Influence of loading history upon the compressive properties of concrete
Magazine of Concrete Research, vol. 32, n° 111, pp. 89-100

COPELAND I-E., KANTRO D-L., VERBECK G-J. [1960]

Chemistry of hydration of Portland cement
in *Proceedings of the 4th International Congress on the Chemistry of Cement*, Washington, USA, paper IV-3

COUSSY O. [1995]

Mechanics of porous continua
Wiley & Sons, Chichester, England.

COUSSY O., ULM F-J. [1995]

Creep and plasticity due to chemo-mechanical couplings
in *Computational Plasticity. Fundamentals and Applications*. (4th Int. Conf. COMPLAS IV, Barcelona), Pineridge Press, Swansea, pp. 925-944

CZERNIN W. [1962]

Cement Chemistry and Physics for Civil Engineers, London Crosby Lockwood

DAY R.L. [1979]

An examination of the relationship between creep and microstructural change in hardened cement paste
Doctoral Thesis of the University of Calgary

DAY R.L., GAMBLE B.R. [1983]

The effect of changes in structure on the activation energy for the creep of concrete
Cement and Concrete Research, vol. 13, n° 4, pp. 529-540

DELOYE F-X [1991]

Du bon usage de la formule de Bogue

Bulletin de liaison des Ponts et Chaussées, n° 176, pp. 81-85

DE SCHUTTER G., TAERWE L. [1996]

Degree of hydration-based description of mechanical properties of early age concrete

Materials and Structures, vol. 29, n° 190, pp. 335-344

DIAMOND S. [1971]

A critical comparison of mercury porosimetry and capillary condensation pore size distributions of portland cement pastes

Cement and Concrete Research, vol. 1, pp. 531-546

DIAMOND S. [1976]

Cement paste microstructure : an overview at several levels

in *Conference on hydraulic cement paste - Their structure and properties*, Sheffield, England, British Cement and Concrete Association, pp. 2-30

DIAS W.P.S., KHOURY G.A., SULLIVAN P.J.E. [1987]

An activation energy approach for the temperature dependence of basic creep of hardened cement paste

Magazine of Concrete Research, vol. 39, n° 140, pp. 141-147

DOMONE P.L. [1974]

Uniaxial tensile creep and failure of concrete

Magazine of Concrete Research, vol. 26, n° 88, pp. 144-152

DOUBLE D.D. [1983]

New developments in understanding the chemistry of cement hydration

Philosophical Transactions of The Royal Society of London, vol. A-310, pp. 53-65

FELDMAN R.F., SEREDA P.J. [1968]

A model for hydrated Portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties

Materials and Structures, vol. 1, n° 6, pp. 509-520

FELDMAN R.F. [1972]

Mechanism of creep of hydrated Portland cement paste

Cement and Concrete Research, vol. 2, pp. 521-540

FRANCIS R. [1993]

Etude du fluage et du retour de fluage propre du béton à partir de résultats sur pâte pure

Rapport de DEA de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

GARBOCZI E.J. [1993]

Computational materials science of cement-based materials

Materials and Structures, vol. 26, n° 158, pp. 191-195

GHOSH R. S. [1972]

Creep of cement paste at early ages

Materials and Structures, vol. 5, n° 26, pp. 93-97

GHOSH R.S. [1974]

Lateral creep of maturing cement paste
Materials and Structures, vol. 7, n° 42, pp. 403-408

GHOSH R.S., TIMUSK J. [1974]

Effect of sustained loading at early ages on the modulus of elasticity of cement paste
Materials and Structures, vol. 7, n° 41, pp. 335-340

GRANGER L. [1995]

Comportement différé du béton dans les enceintes de centrales nucléaires : analyse et modélisation
Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris - Etudes et recherches des laboratoires des Ponts et Chaussées OA21

GRANJU J.L. [1974]

Etude des propriétés mécaniques des pâtes de ciment Portland durcies
Materials and Structures, vol. 7, n° 37, pp. 25-35

GUÉNOT I. [1993]

Simulation des effets thermiques au jeune âge dans les structures massives en béton. Contribution à l'introduction du fluage dans CESAR-LCPC
Mémoire de DEA de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan

GUÉNOT I., TORRENTI J-M., LAPLANTE P. [1994]

Stresses in early age concrete : comparison of different creep models
in *Proceedings of the International RILEM Symposium on Thermal Cracking in Concrete at Early Ages*, Munich, Germany, pp. 103-110

GUTSCH A., ROSTASY F.S. [1994]

Young concrete under high tensile stresses - creep, relaxation and cracking
in *Proceedings of the International RILEM Symposium on Thermal Cracking in Concrete at Early Ages*, Munich, Germany, pp. 111-118

HANSEN T.C. [1960]

Strength, elasticity and creep as related to the internal structure of concrete
in *Proceedings of the 4th International Congress on the Chemistry of Cement*, Washington D.C., USA, paper V-S2, pp. 709-722

HANSEN T.C. [1986]

Physical structure of hardened cement paste. A classical approach
Materials and Structures, vol. 19, n° 114, pp. 423-436

HELSING-ATLASSI E. [1993]

A quantitative thermogravimetric study on the non-evaporable water in mature silica fume concrete
Thesis, P-93:6, Department of Building Materials, Chalmers University of Technology, S-412 96 Göteborg, Sweden

HELSING-ATLASSI E. [1995]

Non- evaporable water and degree of hydration in silica fume - cement systems
in *Proceedings of the 5th International Conference on Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete*, Milwaukee, Wisconsin, USA, ACI SP-153, vol. 2, pp. 703-717

HOPE B.B., BROWN N.H. [1975]

A model for the creep of concrete
Cement and Concrete Research, vol. 5, pp. 577-586

HUA C. [1992]

Analyses et modélisations du retrait d'autodessiccation de la pâte de ciment durcissante
Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris - Rapport de recherche des laboratoires des Ponts et Chaussées OA15

ILLSTON J.M. [1965]

The components of strain in concrete under sustained compressive stress
Magazine of Concrete Research, vol. 17, n° 50, pp. 21-28

ISHAI O. [1964]

Elastic and inelastic behaviour of mortar in torsion
in *Symposium on Creep in Concrete*. ACI Publication SP-9, pp. 65-94.

JORDAAN I.J., ILLSTON J.M. [1969]

The creep of sealed concrete under multiaxial compressive stresses
Magazine of Concrete Research, vol. 21, n° 69, pp. 195-204

KANTRO D.L., BRUNAUER S., WEISE C.H. [1962]

Advances in chemistry, n° 33, pp. 199-219

KEETON J. R., ROLL F., MEYERS B.L. [1971]

Effects of concrete constituents, environment and stress on creep and shrinkage of concrete
in *Designing for effects of creep, shrinkage, temperature in concrete structures*, ACI Publication SP-27, pp. 1-42

KLUG P., WITTMANN F.H. [1969]

Activation energy of creep of hardened cement paste
Materials and Structures, vol. 2, n° 7, pp. 11-16

KROKOSKY E.M. [1970]

Strength vs. structure - a study for hydraulic cements
Materials and Structures, vol. 3, n° 17, pp. 313-323

LANGE D.A., JENNINGS H.M., SHAH S.P. [1994]

Image analysis techniques for characterization of pore structure of cement-based materials
Cement and Concrete Research, vol. 24, n° 5, pp. 841-853

LAPLANTE P. [1993]

Propriétés mécaniques des bétons durcissants : analyse comparée des bétons classiques et à très hautes performances

Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris - Rapport de recherche des laboratoires des Ponts et Chaussées OA13

DE LARRARD F. [1988]

Formulation et propriétés des bétons à très hautes performances

Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris - Rapport de recherche des laboratoires des Ponts et Chaussées n° 149

DE LARRARD F., LE ROY R. [1992]

Relation entre formulation et quelques propriétés mécaniques des bétons à hautes performances

Materials and Structures, vol 25, n° 152, pp. 464-475.

LASSABATÈRE T. [1994]

Approche thermo-poro-hydromécanique en milieu poreux non saturé, application au retrait de dessiccation du béton

Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

LENTZ C.W. [1966]

The silicate structure analysis of hydrated portland cement paste

in *Proceedings of Symposium on structure of portland cement paste and concrete*, Washington, Highway Research Board, SP 90, pp. 269-283

LE ROY R. [1995]

Déformations instantanées et différées des bétons à hautes performances

Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

LE ROY R., GRANGER L. [1995]

Calcul des déformations instantanées et de fluage propre du béton à partir de celles de la pâte de ciment

Bulletin de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées, n° 196, pp. 67-78

L'HERMITE R.G. [1960]

Volume changes of concrete

in *Proceedings of the 4th International Congress on the Chemistry of Cement*, Washington D.C., USA, paper V-3, pp. 659-690

LIVESEY P., DONNELLY A., TOMLINSON C. [1991]

Measurement of the heat of hydration of cement

Cement and Concrete Composites, n° 13

MAGGION R. [1992]

Etude de l'évolution de la microstructure de pâtes de silicate tricalcique

Thèse de doctorat de l'Université d'Orléans

MARCHAND J. [1992]

Rapport interne, LCPC, Paris

MASSAZZA F., DAIMON M. [1992]

Chemistry of hydration of cements and cementitious systems
in *Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cement*, New Delhi,
India, thème III, vol. 1, pp. 383-429

MEJLHEDE JENSEN O. [1995]

Thermodynamic limitation of self-desiccation
Cement and Concrete Research, vol. 25, n° 1, pp. 157-164

MILLS R.H. [1968a]

Molecular sieve effect in concrete
in *Proceedings of the 5th International Symposium on the Chemistry of Cement*, Tokyo,
Japan, session III, pp. 74-85

MILLS R.H. [1968b]

Influence of water in areas of restricted adsorption on properties of concrete
Materials and Structures, vol. 1, n° 6, pp. 553-558

MINDESS S., YOUNG J.F., LAWRENCE F.V. [1978]

Creep and drying shrinkage of calcium silicate pastes : I. Specimen preparation and
mechanical properties
Cement and Concrete Research, vol. 8, pp. 591-600

MORANVILLE-REGOURD M. [1992]

Microstructure of high performance concrete
in *High performance concrete, from material to structure*, ed. by Malier Y., E & FN
Spoon, pp. 3-13

MULLICK A.K. [1972]

Effects of stress history on the microstructure and creep properties of maturing concrete
Doctoral Thesis of the University of Calgary

NEVILLE A. M. [1981]

Properties of concrete
3rd edition, Longman Scientific & Technical, London

NEVILLE A.M., DILGER W.H., BROOKS J.J. [1983]

Creep of plain and structural concrete
Construction Press- Longman, London

NIELSEN L.F. [1993]

Strength development in hardened cement paste : examination of some empirical
equations
Materials and Structures, vol. 26, n° 159, pp. 255-260

ODLER I., CHEN Y. [1995]

Investigations on the aging of hydrated tricalcium silicate and portland cement pastes
Cement and Concrete Research, vol. 25, n° 5, pp. 919-923

PARROTT L.J. [1973]

An examination of the effects of age at loading upon the creep of hardened cement paste
Magazine of Concrete Research, vol. 25, n° 85, pp. 197-200

PARROTT L.J. [1974]

Lateral strains in hardened cement paste under short- and long-term loading
Magazine of Concrete Research, vol. 26, n° 89, pp. 198-202

PARROTT L.J. [1979]

A study of transitional thermal creep in hardened cement paste
Magazine of Concrete Research, vol. 31, n° 107, pp. 99-103

PEARSON D., ALLEN A., WINDSOR C.G., ALFORD N. MCN., DOUBLE D.D. [1983]

An investigation of the nature of porosity in hardened cement paste using small angle scattering
Journal of Materials Science, vol. 18, pp. 430-438

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 strength, shrinkage and creep of mature concrete
Cement and Concrete Research, vol. 4, n° 5, pp. 761-771

POMMERSHEIM J.M., CLIFTON J.R. [1979]

Mathematical modeling of tricalcium silicate hydration
Cement and Concrete Research, vol. 9, pp. 765-770

POWERS T.C. [1964]

The physical structure of Portland cement paste
in *The chemistry of cements*, ed. by Taylor H.F.W., Academic Press, London and New-York, vol I, pp. 391-416

POWERS T.C. [1965]

Mechanisms of shrinkage and reversible creep of hardened cement paste
in *The Structure of concrete and its behaviour under load* (Proceedings, London), pp. 319-344

POWERS T.C. [1968]

The thermodynamics of volume change and creep
Materials and Structures, vol. 1, n° 6, pp. 487-507

REGOURD M., GAUTHIER E. [1980]

Comportement des ciments soumis au durcissement accéléré
Annales de l'ITBTP, n° 387, pp. 65-96

REGOURD M. [1982a]

L'hydratation du ciment Portland
in *Le béton hydraulique*, Presses de l'ENPC, Paris, pp.193-221

REGOURD M. [1982b]

L'eau
in *Le béton hydraulique*, Presses de l'ENPC, Paris, pp. 59-68

RIBES E. [1995]

Influence du séchage sur la microstructure des matériaux à base cimentaire
Mémoire de DEA de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan

RICHARDSON I.G., GROVES G.W. [1992]

Models for the composition and structure of calcium silicate hydrates (CSH) gel in hardened tricalcium silicate pastes

Cement and Concrete Research, vol. 22, pp. 1001-1010

ROSSI P., ACKER P. [1988]

A new approach to the basic creep and relaxation of cement

Cement and Concrete Research, vol. 18, pp.799-803

ROSSI P., GODART N., ROBERT J.L., GERVAIS J.P., BRUHAT D. [1993]

Investigation of the basic creep of concrete by acoustic emission

in *Proceedings of the Fifth International RILEM Symposium on Creep and Shrinkage of Concrete*, Barcelona, Spain, pp. 33-38

RUETZ W. [1965]

A hypothesis for the creep of hardened cement paste and the influence of simultaneous shrinkage

in *The Structure of concrete and its behaviour under load* (Proceedings, London), pp. 365-387

SALENCON J. [1981]

Viscoélasticité

Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, Paris

SCRIVENER K.L., PRATT P.L. [1987]

The characterization and quantification of cement and concrete microstructures

in *Pore Structure and Construction Materials Properties* (Proceedings of the First International RILEM/AFREM Congress), pp. 61-68

SELLEVOLD E. J., RICHARDS C. W. [1972]

Short-time creep transition for hardened cement paste

Journal of the American Ceramic Society, vol. 55, n° 6, pp. 284-289

SICARD V., CUBAYNES J.F., PONS G. [1996]

Modélisation des déformations différées des bétons à hautes performances : relation entre le retrait et le fluage

Materials and Structures, vol. 29, n° 190, pp. 345-353

SIERRA R. [1980]

Répartition des différentes formes d'eau dans la structure des pâtes pures de C₃S et de ciment Portland

in *Proceedings of the 7th International Congress on the Chemistry of Cement*, Paris, France, vol. 3, pp. 201-206

SLATE F.O., MEYERS B. L. [1968]

Determination of plain concrete

in *Proceedings of the 5th International Symposium on the Chemistry of Cement*, Tokyo, session III, pp. 142-151

SOUSA COUTINHO A. [1977]

A contribution to the mechanism of concrete creep

Materials and Structures, vol. 10, n° 55, pp. 3-16

SPOONER D.C. [1972]

The stress-strain relationship for hardened cement pastes in compression
Magazine of Concrete Research, vol. 24, n° 79, pp. 85-91

TAYLOR H.F.W. [1986]

Proposed structure for calcium silicate hydrated gel
Journal of American Ceramic Society, vol. 69, n° 6, pp. 464-467

TAYLOR H.F.W. [1990]

Cement Chemistry
Academic Press

TAZAWA E., MIYAZAWA S. [1993]

Autogenous shrinkage of concrete and its importance in concrete technology
in *Proceedings of the Fifth International RILEM Symposium on Creep and Shrinkage of Concrete*, Barcelona, Spain, pp. 159-168

TIMUSK J., GHOSH R.S. [1971]

Maturing creep of Portland cement paste
ACI Journal, vol. 68, pp. 959-963

TONG Y., TU H., FEI L. [1990]

Study of initial hydration processes of activated and ordinary b-dicalcium silicates
Cement and Concrete Research, vol. 20, pp. 986-991

TORRENTI J.-M. [1992]

La résistance du béton au très jeune âge
Bulletin de liaison des Ponts et Chaussées, n° 179, pp. 31-41

TORRENTI J.-M., PATIES C., PIAU J.-M., ACKER P., DE LARRARD F. [1992]

La simulation numérique des effets de l'hydratation du béton
in *Colloque StruCoMe*, Paris

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 de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées, n° 203, pp. 105-119

ULM F.-J., COUSSY O. [1995]

Modelling of thermochemomechanical couplings of concrete at early ages
Journal of Engineering Mechanics, ASCE, vol. 121, n° 7, pp. 785-794

ULM F.-J., BAZANT Z.P. [1996]

Modeling of aging viscous flow in concrete
en préparation

VAN DAMME H. [1994]

Et si Le Châtelier s'était trompé ? Pour une physico-chimio-mécanique des liants hydrauliques et des géomatériaux
Annales des Ponts et Chaussées, n° 71, pp. 30-41

VERBECK G.J., HELMUT R.H. [1968]

Structures and physical properties of cement paste
in *Proceedings of the 5th International Symposium on the Chemistry of Cement*, Tokyo, Japan, session III, pp. 1-32

VERNET C., CADORET G. [1992]

Monitoring of the chemical and mechanical changes in high performance concretes during the first days
in *High performance concrete, from material to structure*, ed. by Malier Y., E & FN Spoon, pp. 145-159

VERNET C. [1994]

Pour une nouvelle approche de la structure des silicates de calcium hydratés (CSH) des ciments
Séminaires des Laboratoires des Ponts et Chaussées

WAINWRIGHT P.J., COOLE M.J., GRUBE H. [1992]

Methods for determination of heat of hydration of concrete
RILEM TC 119 TCE

WITTMANN F.H. [1968]

Surface tension, shrinkage and strength of hardened cement paste
Materials and Structures, vol. 1, n° 6, pp. 547-552

WITTMANN F.H. [1980]

Properties of hardened cement paste
in *Proceedings of the 7th International Congress on the Chemistry of Cement*, Paris, France, Subtheme VI-2, vol. 1, pp. 1-12

WITTMANN F.H. [1982]

Creep and shrinkage mechanisms
in *Creep and shrinkage in concrete structures*, edited by Z.P. Bazant and F.H. Wittmann, John Wiley & Sons Ltd, New-York, pp. 129-161

XI Y., BAZANT Z.P., MOLINA L., JENNINGS H.M. [1994]

Moisture diffusion in cementitious materials (moisture capacity and diffusivity)
Advanced Cement Based Materials, n° 1, pp. 258-266

YOUNG J.F. [1982]

The microstructure of hardened Portland cement paste
in *Creep and Shrinkage in concrete structures*, edited by Z.P. Bazant and F.H. Wittmann, John Wiley & Sons Ltd, New-York, pp. 3-22

ZANNI H., RASSEM-BERTOLO R., FERNANDEZ L., MASSE S., NIETO P. [1995]

La Résonance Magnétique Nucléaire : une technique pour l'étude des ciments
Bulletin de liaison des Ponts et Chaussées, n° 195, pp. 61-72

ANNEXE I.

CARACTÉRISTIQUES DES MATÉRIAUX

CARACTÉRISTIQUES DE LA PÂTE ÉTUDIÉE

La composition de la pâte étudiée est la suivante :

	Dosage en kg/m ³
Eau	611,65
Ciment CPA CEM I 52,5 PM St Vigor (Lafarge)	1223,30
	<u>Formulation PO</u>
	E/C = 0,5

Tableau A.I.1. Composition de la pâte de ciment étudiée

Le ciment utilisé est un CPA CEM I 52,5 PM (anciennement CPA HP PM (Prise Mer)) de l'usine Lafarge de Saint Vigor, dont les caractéristiques chimiques, minéralogiques et physiques sont les suivantes :

Analyse chimique par fusion (%)

Silice soluble	SiO ₂	21,09
Alumine	Al ₂ O ₃	2,90
Oxyde de titane	TiO ₂	0,12
Oxyde ferrique	Fe ₂ O ₃	4,24
Oxyde de calcium	CaO	64,55
Oxyde de magnésium	MgO	0,81
Oxyde de sodium	Na ₂ O	0,10
Oxyde de potassium	K ₂ O	0,27
Anhydride sulfurique	SO ₃	2,30
Chlore des chlorures	Cl	néant
Soufre des sulfures	S	néant
Perte au feu (H ₂ O + CO ₂)	PAF	1,69
Oxyde de manganèse	MnO	0,08
TOTAL		98,15

Résidu insoluble (AFNOR P 15-461)	RI	0,80
Chaux libre	CaOl	0,69

Composition potentielle (%) (d'après la formule de Bogue)

C ₃ S	64,72
C ₂ S	11,63
C ₃ A	0,52
C ₄ AF	12,88
Gypse	4,95
Carbonates	
CaOl	0,69

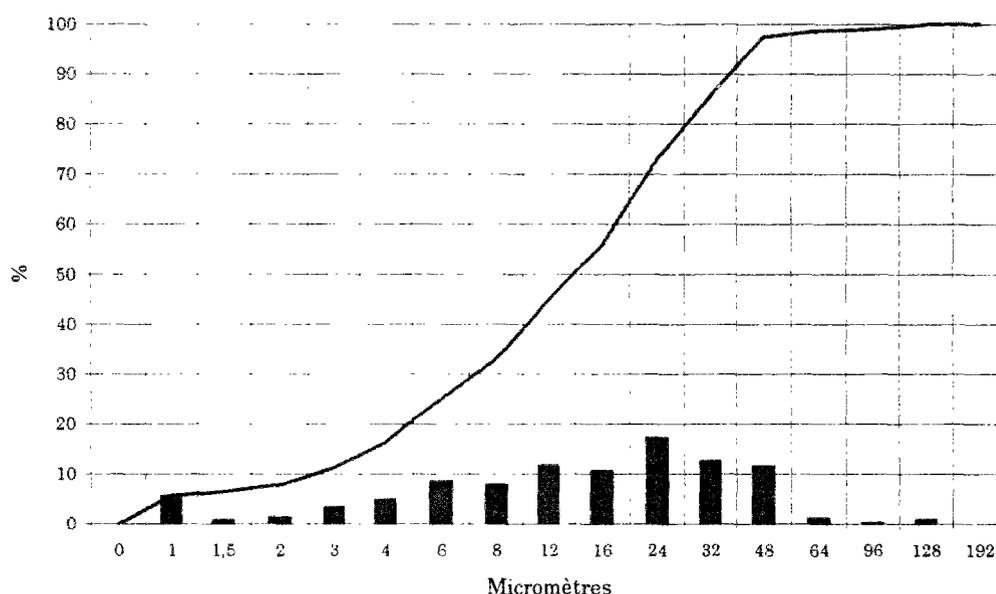
Ce ciment se caractérise en particulier par sa très faible teneur en C₃A.

Masse volumique sèche $\rho_s = 3,17 \text{ g/cm}^3$

Surface spécifique $S_s = 3246 \text{ cm}^2/\text{g}$
(mesurée au perméabilimètre à air Blaine, conformément à la norme NF P 15-442)

Analyse granulométrique (diamètre médian : 13,9 μm)

Résultats en poids



ANNEXE II.

BÉTONS BO ET BTHP

Composition et caractéristiques des bétons frais [LAPLANTE 1993]

	Béton ordinaire BO	Béton THP BTHP
Gravillon 5/20 mm (silico-calcaire semi-concassé de Seine)	1200 kg/m ³	1216 kg/m ³
Sable silico-calcaire de Seine	670 kg/m ³	669 kg/m ³
Ciment CPA HP	342 kg/m ³	398 kg/m ³
Fumée de silice	-	40 kg/m ³
Eau totale (incluant l'eau du superplastifiant)	171 l/m ³	133 l/m ³
Superplastifiant (mélamine à 31 % d'extrait sec)	-	19,3 l/m ³
E/(C+FS)	0,5	0,3
Densité	2,36	2,43
Air occlus	1,9 %	0,6 %
Affaissement	60 mm	200 mm