

N° d'ordre :



UNIVERSITE DE M'SILA

**FACULTE DES SCIENCES ET DES SCIENCES
DE L'INGENIORAT**

Département de Génie civil

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de Magister

Spécialité : Génie civil

Option : Matériaux

Par

Abderrachid AMRIOU

SUJET

**DETECTION PAR RAYON X DE LA DEGRADATION DU BETON
SOUS L'EFFET DES AGRESSIONS CHIMIQUES (SULFATES)**

Soutenu publiquement le 18 mars 2009 devant le jury composé de :

Dr BOUDAUD Zine-Eddine	MC, C.U. d'Oum el Bouaghi	Président
Dr BENCHEIKH Mohamed	MC, Université de M'sila	Rapporteur
Dr BEDDAR Miloud	MC, Université de M'sila	Examineur
Dr MEZGHICHE Bouzidi	MC, Université de Biskra	Examineur
Dr RAHMOUNI Zine-el-Abidine	MC, Université de M'sila	Examineur

Promotion : 2007/2008

RESUME

Une mauvaise durabilité se manifeste par une détérioration qui résulte de facteurs externes ou de phénomènes internes aux bétons. Ces différentes actions peuvent être de nature physiques, chimiques ou mécaniques.

Les attaques chimiques externes sont principalement causées par la présence d'ions agressifs tels que les chlorures, les sulfates et le gaz carbonique. Les causes physiques de détérioration comprennent principalement les effets d'une température élevée.

A l'exception des sollicitations mécaniques, tous les effets néfastes à la durabilité font intervenir l'écoulement de fluides (liquides ou gaz) à travers le béton. La perméabilité du béton doit presque toujours être prise en considération.

Ce travail contribue à l'étude des paramètres qui influent sur la durabilité et principalement :

- l'étude de la dégradation du béton ou mortier sous l'effet des milieux agressifs (acides et sulfates).
- l'étude de l'influence de la conservation du béton dans un climat chaud sur la perméabilité et les caractéristiques mécanique, et comparaison avec un béton qui a subi une cure standard à l'eau à 20 °C (à l'intérieur du laboratoire).

Les phases expérimentales entreprises dans cette étude ont pour objectifs :

- * Etudier de l'influence de la quantité d'eau de gâchage et des effets de l'élévation de température sur le coefficient de perméabilité et la résistance à la compression du béton.
- * Etude de la dégradation des éprouvettes de mortiers conservées en eau pure et en milieux sulfatés en utilisant un diffractomètre rayon x.

Les résultats obtenus ont permis de comprendre les mécanismes d'altération du béton sous l'effet de la température et des agressions sulfatiques :

- Diminution de la résistance et augmentation de la perméabilité pour un béton comportant une quantité d'eau de gâchage élevée.
- Le mode de conservation influe considérablement sur la résistance et la perméabilité du béton.
- Dégradation du mortier sous l'effet des sulfates qui entraîne la formation d'ettringite expansive et du gypse.
- Réduction de la profondeur de carbonatation causée par la formation d'une couche gypseuse à la surface des éprouvettes conservées dans l'acide sulfurique.

SUMMARY

A bad durability appears by a deterioration which results from external factors or internal phenomena to the concretes. These various actions can be of nature physics, chemical or mechanical.

The external chemical attacks are mainly caused by the presence of aggressive ions such as chlorides, sulphates or carbon dioxide. The physical causes of deterioration mainly include the effects of a high temperature.

With the exception of the mechanical requests, all the harmful effects with durability utilize the flow of fluids (liquids or gas) through the concrete. The permeability of the concrete must almost always be taken into account.

This work contributes to the study of the parameters which influence durability and mainly:

- the study of the degradation of the concrete or mortar under the effect of the corrosive conditions (acids and sulphates).

- the study of the influence of the conservation of the concrete in a hot climate on permeability and the characteristics mechanics, and comparison with a concrete who has undergoes a cure standart with water with 20 °C (inside the laboratory).

The experimental phases undertaken in this study aim at:

- * To study influence of the quantity of mixing water and effects of the rise in temperature on the coefficient in permeability and the compressive strength of the concrete.

- * Study of the degradation of the test-tubes of mortars preserved out of pure water and mediums sulphated by using a diffractometer x-ray.

The results obtained have permit to understand the mechanisms of deterioration of the concrete under the effect of the temperature and the sulfatic aggressions:

- Reduction in resistance and increase in the permeability for a concrete comprising a quantity of high mixing water.
- The mode of conservation influences considerably the resistance and the permeability of the concrete.
- Degradation of the mortar under the effect of the sulphates which involves the expansive formation of ettringite and of the gypsum.
- Reduction depth of carbonation caused by the formation of a gypseous layer on the surface of the test-tubes preserved in the sulphuric acid.

المخلص

يكون الإعلان عن تعطيل الديمومة بواسطة عوامل خارجية أو أحداث داخلية في الخرسانة. هذه العوامل تكون فيزيائية، كيميائية أو ميكانيكية.

الهجوم بواسطة العوامل الكيميائية الخارجية تكون نتيجة وجود الأيونات المهاجمة مثل أيونات الكلور، السلفات وغاز ثاني أكسيد الكربون.

معدا الأحمال الميكانيكية، فإن باقي العوامل المضرّة بالخرسانة تكون بواسطة جريان السوائل (مائي أو غازي) في الخرسانة وعليه فإن نفاذية الخرسانة يجب أخذها دائماً في الحسبان.

الهدف من هذا العمل هو دراسة العوامل المؤثرة في ديمومة الخرسانة وعلى وجه الخصوص:

- دراسة تأثير الخرسانة والميلاط تحت تأثير عوامل هجومية (سلفات وأحماض).
- دراسة تأثير وضع الخرسانة في جو حار على النفاذية وعلى الخصائص الميكانيكية ومقارنتها مع خرسانة موضوعة داخل المخبر (20 ° مئوية).
- الدراسة التجريبية المطبقة تهدف أولاً إلى دراسة تأثير كمية الماء المستعمل أثناء الخلط وكذا العوامل المناخية (الحرارة) على معامل النفاذية ومقاومة الخرسانة.
- وفي مرحلة ثانية دراسة تبيد عينات من الميلاط تحت تأثير وسط حمضي أو سولفاتي.

النتائج المتوصل إليها سمحت بفهم كيفية تضرر الخرسانة تحت تأثير الحرارة والهجومات الكيميائية الخارجية:

- تضائل في المقاومة وارتفاع في النفاذية خاصة لدى خرسانة تحتوي على كمية عالية من الماء أثناء الخلط.
- وسط حفظ الخرسانة يؤثر على المقاومة (تحت الضغط) والنفاذية.
- تضرر الميلاط تحت تأثير السلفات: تكوين أجسام جديدة عبارة عن الجبس و ETTRINGITE
- تضائل في عمق الكربونات PROFONDEUR DE CARBONATATION نتيجة تكون طبقة من الجبس على الواجهة الخارجية للعينات تحت تأثير الأحماض.

AVANT-PROPOS

Ce présent travail n'aurait pu être fait sans la collaboration avec des personnes que je veux remercier chaleureusement.

Je remercie l'ensemble des personnes de LMDC (laboratoire de matériaux de construction de L'INSA Toulouse), en particulier :

Le professeur Pierre CLASTRES que je tiens vivement à remercier pour sa disponibilité et ses approches qui ont été complémentaires et enrichissantes, ainsi que Le professeur Gilles ESCADEILLAS et Monsieur Carles GIBERGUES. Merci infiniment.

Je remercie aussi toutes les personnes du département de génie civil, sans oublier Monsieur LOUNIS Abdelkader, Responsable du Laboratoire de Génie Civil.

Je remercie mes parents pour leurs encouragements et leur reconnaissance ainsi que toutes les personnes de ma famille.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au Département de Génie Civil de l'Université «Mohamed BOUDIAF» de M'sila

Je remercie dieu qui ma donné le pouvoir et l'aide à terminer ce présent travail.

Tout d'abord, je remercie mon promoteur Monsieur BENCHEIKH Mohamed qui grâce à sa disponibilité, son sérieux et ses qualités professionnelles a su m'aider et donner les conseils qui m'ont permis de réaliser ce mémoire.

Je tiens à remercier aussi :

Monsieur BOUDAUD Zine- Eddine , Maître de conférences, pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant mon jury.

Monsieur BEDDAR Miloud, Maître de conférences d'avoir accepté d'être examinateur.

Monsieur MEZGHICHE Bouzid, Maître de conférences, pour l'honneur qu'il m'a fait de rapporter ou d'examiner ce travail.

Monsieur RAHMOUNI Zine El Abidine, Maître assistant chargé de cours, pour l'honneur qu'il m'a fait de rapporter ou d'examiner ce travail

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

Présentation et objectif

1. CONTEXTE

Un béton est d'autant plus durable qu'il résiste à la pénétration des agents extérieurs. Cette qualité peut être caractérisée au moyen de deux grandeurs physiques : la perméabilité et la diffusivité.

Les trois fluides qui peuvent pénétrer dans le béton et mettre en cause sa durabilité sont : l'eau, pure ou contenant des ions agressifs, le gaz carbonique et l'oxygène.

Dans les conditions de climat chaud, la température élevée influe néfastement sur la durabilité des bétons tant à l'état frais que durci. De telles conditions provoquent l'évaporation rapide de l'eau avant que le processus d'hydratation se fasse complètement engendrant ainsi des microfissures dans le béton ce qui mène à la diminution de la résistance et l'augmentation de la perméabilité surtout pour des bétons de rapport E/C élevé.

Les milieux les plus agressifs pour le béton sont soit des acides, soit salins (nitrates, sulfates). On peut observer des dégradations du béton par dissolution et érosion en cas d'attaque acide, par fissuration et éclatement dans le cas d'attaques salines, en particuliers sulfatiques.

Une grande partie des problèmes de durabilité rencontrés dans la région de M'sila, résulte de la présence des sulfates dans le sol de plusieurs sites, le climat chaud ainsi que les changements cycliques de la température entre jour et nuit.

2 .Objectifs :

L'objectif principal de cette étude est d'évaluer expérimentalement la durabilité des bétons liées à la nature de son environnement. Le processus de détérioration est complexe et fait intervenir un nombre important de paramètres.

A/ Les caractéristiques du béton sont évaluées en fonction de la quantité d'eau de gâchage (c'est-à-dire E/C), de l'incorporation d'un adjuvant réducteur d'eau et du mode de conservation. On considère comme moyen de caractérisation :

- Les résistances mécaniques à la compression, la perméabilité à l'eau ainsi que l'influence d'un adjuvant réducteur d'eau.

- Quatre types de béton ont été confectionnés avec des rapports E/C différents, soit par réduction ou ajout d'une quantité d'eau, soit en utilisant un adjuvant réducteur d'eau. Les éprouvettes sont conservées dans des milieux différents (à l'air ou à l'eau).

B/ Pour les mortiers, les caractérisations sont évaluées en fonction du milieu d'agressivité, en considérant comme moyen de caractérisation : la profondeur de carbonatation (essai à la phénophtaléine) et l'analyse par le diffractomètre rayon X.

Les éprouvettes de mortier sont exposées aux différents milieux de conservations chimiques agressifs : eau distillée, acide sulfurique, nitrate d'ammonium, sulfate de calcium et une solution de sulfate de magnésium.

Dans le but d'accélérer le processus d'altération du mortier par les solutions de sulfates, on a utilisé des concentrations de 5% et 10 %.

3. METHODOLOGIE DU TRAVAIL :

Ce présent mémoire est composé de quatre chapitres :

- **Le premier chapitre** consiste à donner une revue sur les effets des milieux agressifs et sur la durabilité du béton en donnant les sulfates les plus agressifs pour le béton.

- **Dans le deuxième chapitre**, consiste à donner un aperçu global sur les méthodes expérimentales qui existe à travers le monde pour déterminer la perméabilité du béton à l'eau et aux gaz et les différents paramètres influencent la perméabilité du béton.

- **Le troisième chapitre** est consacré à une revue sur l'analyse minéralogique par rayons x des échantillons en poudres du béton.

- **Le quatrième chapitre** de ce travail est destiné à l'évaluation de l'influence des effets climatiques, du rapport E/C et des milieux agressifs sur la durabilité du béton avec une conclusion générale.

SOMMAIRE

Chapitre I: Effets des milieux agressifs Sur la durabilité des bétons

I.1 – CHIMIE DES CIMENT ET MECANISME D’ATTAQUE DU BETON PAR LES AGRESSIONS CHIMIQUES	01
I.2 – CHIMIE DU CIMENT :	
I.2.1 – Le ciment	01
I.2.2 – L’hydratation du ciment	01
I.2.3 – Hydratation des aluminates (C3A) et rôle du gypse	02
I.3 – COMPORTEMENT DU BETON VIS-A-VIS DES MILIEUX EXTERIEURS	03
I.3.1 – Introduction	03
I.3.2 – capacité de résistance du béton à l’agression chimique	04
I.3.2.1- Mécanismes régulateurs (effet tampon)	04
I.3.2.2- L’état ultime de super - tampon du béton	05
I.3.3 – Système de défense du béton contre les agressions chimiques	05
I.4 – LA DURABILITE DU BETON DANS LES EAUX AGRESSIVES	06
I.4.1 – Introduction	06
I.4.2 – Mécanisme de dégradation du béton	07
I.4.2.1 – Les divers agents agressifs	07
I.4.2.2 – Dives modes d'action des agents agressifs.....	08
I.4.2.3 – Mécanisme de l'interaction entre les agents agressifs et les constituants du béton	08
I.4.2.4– Réaction entre le milieu environnant et la pâte du ciment hydratée	09
I.4.3 – Durabilité du béton dans les environnements acides (risque de dissolution) .	09
I.4.3.1 – Durabilité du béton dans les eaux naturelles	09
I.4.3.1.1 – Eau pure et eau douce	10
I.4.3.1.2– Pluies acides (cas extrêmes des eaux douces)	11
I.4.3.2 – Durabilité du béton au contact de milieux acides	12
I.4.4 – Durabilité du béton dans les environnements sulfatiques	12
I.4.4.1 – Processus d’attaque par les sulfates seuls	12
I.4.4.2 – les sulfates les plus agressifs vis-à-vis du béton	13
I.4.4.2.1 – les sulfates de magnésium	13
I.4.4.2.2 – Les sulfates de calcium	14
I.4.4.2.3 – L’acide sulfurique et le sulfate d’ammonium	14
I.4.5 – Attaque interne par les sulfates	16
I.4.6 – Facteur contrôlant la résistance aux sulfates du béton	18
I.5 – LA CARBONATATION DU BETON	21
I.5.1 – Définition	21
I.5.2 –Présentation du phénomène de la carbonatation	21

I.5.3 –Allure du phénomène de la carbonatation	22
I.5.4 –Facteurs influents la carbonatation du béton	23
I.5.4.1–Dosage en ciment	24
I.5.4.2–Rapport E/C	24
I.5.4.3–La cure	25
I.5.4.4 - Addition minérales et carbonatation	25
I.6 – CONCLUSIONS	26

Chapitre II: Effet de la porosité, de la perméabilité
Et de la température sur
la durabilité Du béton

II.1 – INTRODUCTION	27
II.2 – ESSAIS DE PERMEABILITE	27
II.2.1-Perméabilité à l'eau du béton	28
II.2.1.1- Appareil de mesure de la perméabilité à l'eau	28
II.2.1.1.1- Appareils mesurant l'écoulement à travers un béton	29
II.2.1.1.2- Mesure de la hauteur de pénétration de l'eau	29
II.2.1.1.3- Appareil basé sur une chute de pression	29
II.2.1.1.4- Autres types d'appareil de mesure de perméabilité à l'eau du béton	32
II.2.1.1.5 Appareillage de l'université de M'sila	
II.2.2-Perméabilité aux gaz du béton (gaz et oxygène).....	33
II.3 – CRITERES GENERAUX DES BETONS DURABLES	38
II.3.1- La porosité	38
II.3.2- Propriété du transfert	40
II.3.2.1-Les lois de la perméabilité et de la diffusion	40
II.3.3- Transport par écoulement : PERMEABILITE	41
II.3.4- Les paramètres influents la perméabilité à l'eau du béton	42
II.3.4.1-Le rapport E/C	42
II.3.4.2-La zone d'interface pâte – granulat	43
II.3.4.3-Les ajouts minéraux (fumée de silice et cendres volantes)	44
II.3.4.4- La durée du mûrissement	44
II.3.5- Effet de la température sur le béton	45
II.3.5.1 - Bétonnage par temps chaud.....	45
II.3.5.2 - Influence de la température sur la résistance du béton.....	45
II.3.5.3 - Influence de la température sur la porosité et la perméabilité du béton	46
II.4 – CONCLUSIONS	47

Chapitre III : Etude des bétons par diffraction x

III.1 INTRODUCTION	54
III.2 HISTORIQUE	54
III.3 THEORIE DE LA DIFFRACTION DES RAYONS X	54
III.4 PRESENTATION GENERALE DU DIFFRACTOMETRE	54
III.4.1 La source de rayons X	55
III.4.2 Monochromateurs	56
III.4.3 Détecteurs	56
III.4.4 Collimateurs	56
III.5 PRINCIPE DE LA DIFFRACTION	56
III.5.1 Loi de Bragg	56
III.5.2 Méthodes de mesure expérimentales	58
III. 6 PRINCIPE DE LA DIFFRACTION DES POUDRES	58
III. 6.1 Direction du faisceau diffracté	59
III. 6.2 Méthodes expérimentales de diffraction des poudres	59
III. 6.2.1 Montage (Diffractomètre) Bragg-Brentano	60
III. 6.2.2 Chambres photographiques	61
III. 6.2.2.1 Chambre de Debye-Scherrer	61
III. 6.2.2.2 Chambre de Seemann-Bohlin	62
III. 6.2.2.3 Chambre de Guinier	62
III. 6.2.3 Position des pics sur le diffractogramme, loi de Bragg	64
III. 6.3 Analyse qualitative et quantitative des diffractogrammes	66
III. 6.3.1 Recherche et sélection de phase	66
III. 6.4 Analyse d'un échantillon inconnu	70
III. 6.5 Préparation des échantillons	70
III.7- CONCLUSION	71

Chapitre IV : Etude des paramètres influants la durabilité du béton (Perméabilité - Température - Milieux agressifs)

IV.1 CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX UTILISES	72
IV.1.1-Sable	72
IV.1.2-Graviers	74
IV.1.3-Ciment	76
IV.1.4-Adjuvant	77
IV.1.5-L'eau de gâchage	77

		78
IV.2	<u><i>Evaluation de l'influence d'une conservation en extérieur sur les propriétés mécaniques du béton; Comparaison avec une cure standard à l'eau à 20 °c</i></u>	
IV.2.1-	Introduction	78
IV.2.2-	Présentation de l'étude	78
IV.2.2-1.	Objectif	78
IV.2.3-	Programme expérimental	79
IV.2.3.1-	Composition du béton (présentation des abaques permettant la formulation des bétons)	79
IV.2.3.2	Calcul de la composition du béton	80
IV.2.3.3	Essai de résistance	81
IV.2.3.4	Dispositif d'essai	81
IV.2.3.5	L'essai de compression et dispersion des résultats	82
IV.2.3.6	Écart type	82
IV.2.3.7	Déformation des bétons	83
IV.2.3.8	Module d'élasticité du béton	83
IV.2.3.9	Ordre de grandeur du module d'élasticité du béton	83
IV.2.4	Présentation des résultats	84
IV.2.4.1	Résistance à la compression (MPa)	84
IV.2.4.1.1	Béton conservé pendant 28 jours	84
IV.2.4.1.2	Béton conservé pendant 90 jours	85
IV.2.4.2	Module d'élasticité (MPa)	85
IV.2.4.2.1	Béton conservé pendant 28 jours	85
IV.2.4.2.2	Béton conservé pendant 90 jours	87
IV.2.4.3.	Discussions des résultats	88
IV.2.4.3.1	Résistance à la compression du béton	88
IV.2.4.3.2	Module d'élasticité	89
IV.3	<u><i>Influence d'une conservation à l'extérieur sur la perméabilité à l'eau du béton ; comparaison avec une cure standard</i></u>	90
IV.3.1-	Introduction	90
IV.3.2-	Elaboration d'une nouvelle méthode pour la détermination de la perméabilité à l'eau du béton	90
IV.3.3-	Dispositif de l'essai	91
IV.3.4-	Description générale de l'essai	92
IV.3.5-	Calcul de la perméabilité	92
IV.3.6-	Présentation du projet expérimental	93
IV.3.7-	Composition du béton	93

IV.3.8-Résultats obtenus	94
IV.3.8.1 -Béton conservé pendant 28 jours	94
IV.3.8.2 -Béton conservé pendant 90 jours	97
IV.3.8.3- Relation entre la résistance à la compression et la perméabilité du béton	99
IV.3.8.3.1 Béton conservé à l'eau	99
IV.3.8.3 .2 Béton conservé à l'air	100
IV.3.9-Discutions des résultats obtenus	101
IV..4 <u>Etude de la dégradation du béton sous l'effet</u>	
<u>de solutions de sulfates</u>	102
IV.4.1- Introduction	102
IV.4.2-Mécanisme de l'attaque par les sulfates	102
IV.4.3- Sources des sulfates	102
IV.4.4-Matière amorphe	103
IV.4.5-Plan expérimental	103
IV.4.5.1-Composition du mortier	103
IV.4.5.2-Cure du mortier	104
IV.4.5.3-Milieus agressifs de traitement	104
IV.4.5.4-Echantillonnage et dispositif d'essai	104
IV.4.5.4.1-Préparation des échantillons	104
IV.4-2 .4.2-Dispositif d'essai	105
IV.4.6-Résultats expérimentaux et interprétations	107
IV.4.6.1-III.1- Identification de s hydrates de la pate par DRX	107
IV.4.6.2-Examen visuel des échantillons	107
IV.4.6.3-Etude minéralogique des parties dégradées	107
IV.4.6.4-Diffractogrammes et analyse des résultats	109
IV.4.6.4.1-Mortier conservé dans l'eau	109
IV.4.6.4.2-Mortier conservé dans l'air	110
IV.4.6.4.3-Mortier conservé dans une solution avec 5% de CaSO ₄	111
IV.4.6.4.4-Mortier conservé dans une solution avec 10% de CaSO ₄	112
IV.4.6.4.5-Mortier conservé dans une solution avec 5% de MgSO ₄	113
IV.4.6.4.6-Mortier conservé dans une solution avec 10% de MgSO ₄	114
IV.4.6.4.7Mortier conservé dans une solution avec 5% de H ₂ SO ₄	115
IV.4.6.4.8-Mortier conservé dans une solution avec 10% de H ₂ SO ₄	116
IV.4.6.4.9-Mortier conservé dans une solution avec 5% de (NH ₄) ₂ SO ₄	117
IV.4.6.4.10-Mortier conservé dans une solution avec 10% de (NH ₄) ₂ SO ₄	118
IV4.7- Etude de l'influence de la formation gypseuse sur la carbonatation.....	121
IV.7.1- Introduction	121
IV.7.2-Plan expérimental	121
IV.7.3-Resultats et interprétation	122
V Conclusion générale	124

LISTE DES FIGURES

Chapitre 1-

Figure I.1: Représentation schématique de la pâte de ciment hydraté	03
Figure I.2: Mode d'action du CO ₂	11
Figure I.3: Échantillon d'un béton exposé à un environnement très agressif	15
Figure I.4: Micrographe d'une pâte dégradée par la réaction avec le magnésium	16
Figure I.5: Forme des cristaux du gypse dans le cas d'attaque par le sulfate d'ammonium	17
Figure I.6: Forme des cristaux du gypse dans le cas d'attaque par l'acide sulfurique	18
Figure I.7: Influence du dosage en ciment et de la teneur en C3A sur la vitesse de	20
Figure I.8: Résistance aux sulfates d'échantillons de mortier avec ajouts de laitier.	21
Figure I.9: Résistance aux sulfates d'échantillons de mortier avec ajouts de laitier.	22
Figure I.10: Relation entre les teneurs en C3A et SO ₃ du ciment et le gonflement de mortiers conservés en eau de mer pendant un an.	22
Figure I.11: Gradient de pH en fonction de la profondeur carbonatée.	24
Figure I.12: Béton carbonaté dans un état d'humidité courant.	24
Figure I.13: Influence de l'humidité relative sur la profondeur de carbonatation.	25
Figure I.14: Loi de croissance linéaire de l'épaisseur carbonatée en fonction de \sqrt{t} .	25
Figure I.15: Relation entre l'épaisseur carbonatée et le dosage en ciment	26
Figure I.16: Evolution de la carbonatation en fonction du rapport E/C	26

Chapitre 2 –

Figure II.1: Principe de fonctionnement d'un appareil de mesure de la perméabilité à l'eau	30
Figure II.2: Perméamètre à l'eau, tiré de Hean	31
Figure II.3: Perméamètre à l'eau, tiré de Meletieu et coll.	32
Figure II.4: Perméamètre à l'eau selon Hooten et Wakeley, tiré de Roy et Coll	33
Figure II.5: Perméamètre à l'eau, tiré de Janssen [1988]	34
Figure II.6: Principe de fonctionnement de l'appareil de mesure de la perméabilité à l'eau utilisée à l'université de Sherbrooke	34
Figure II.7: principe de fonctionnement de l'appareil de mesure de la perméabilité à l'eau du laboratoire géomatériaux de M'sila	36
Figure II.8: principe de fixation des éprouvettes dans l'appareil de perméabilité	36
Figure II.9 : régulateur de pression jusqu'à 16 bars	36
Figure II.10: forme de l'éprouvette	37
Figure II.11: forme de l'éprouvette	38
Figure II.12: principe de la mesure de la perméabilité à l'air des roches selon la norme ASTM D4525-85.	40
Figure II.13: principe de fonctionnement du perméamètre à l'air utilisé à l'université De Sherbrooke	41
Figure II.14 : méthode de calcul pour déterminer la perméabilité K à partir des mesures de K _a	41
Figure II.15: principe du perméamètre de Nantes (France)	42
Figure II.16: Une vue d'ensemble du perméamètre Cembureau	43
Figure II.17: Une éprouvette et une cellule	43
Figure II.18: Relation entre la perméabilité, la résistance à la compression et le niveau de porosité du béton.	45

Figure II.19: Représentation schématique de la pâte de ciment à l'état frais et à l'état durci.	45
Figure II.20: Influence du degré d'inter connectivité sur la perméabilité de la pâte	
Figure II.21: principe de l'essai de perméabilité	47
Figure II.22: Relation entre le coefficient de perméabilité à l'eau des pâtes de ciment totalement hydraté et le rapport E/C.	48
Figure II.23: Perméabilité à l'eau en fonction de la résistance à la compression.	49
Figure II.24: Influence du rapport E/C et de la taille maximale des granulats sur le coefficient de perméabilité à l'eau des bétons.	50
Figure II.25: Relation entre la perméabilité à l'eau et la durée de la cure initiale.	51

Chapitre 3 –

Figure III.1: Schéma d'un diffractomètre. [Modèle Siemens D-500]	55
Figure III.2: Schéma du principe d'un tube à rayon X	55
Figure III-3: Parcours du faisceau de rayons X dans un diffractomètre	56
Figure III-4: Collimateurs pour rayons X	56
Figure III-5: Schématisation de la loi de Bragg	57
Figure III-6: Indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (<i>hkl</i>)	58
Figure III- 7: Géométrie expliquant la loi de Bragg par analogie à la réflexion	59
Figure III- 8: Angles dans le montage de Bragg-Brentano	60
Figure III- 9: Montage « $\theta - \theta$ » - « $\theta - 2\theta$ »	60
Figure III-10: Le montage Bragg Brentano	61
Figure III-11: Schéma d'une chambre Debye-Scherrer	62
Figure III-12: Schéma d'une chambre Debye-Scherrer	62
Figure III-13: Cliché de Debye-Scherrer – rapport avec une courbe $I = F(\theta)$	63
Figure III-14: schéma des chambres de Seeman Bohlin et de Guinier	64
Figure III-15: plan cristallographique et indices de Miller	65
Figure III- 16: Loi de Bragg	65
Figure III- 17: Exemple d'un fichier PDF	66
Figure III- 18: diffractogramme du C3S	67
Figure III- 19: diffractogramme du C2S	67
Figure III- 20: diffractogramme du C3A	68
Figure III- 21: diffractogramme du C4AF	68
Figure III- 22: diffractogramme du Gypse, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	69
Figure III- 23: diffractogramme du Gypse, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	69

Chapitre 4 –

Figure IV.1: Courbes granulométriques des granulats	75
Figure IV.2: Dispositif d'essai de compression et du module d'élasticité – laboratoire de géomatériaux de MSILA -	81
Figure IV.3: Principe de la mesure du module d'élasticité (Eprouvette 15x15x15 cm ³)	84
Figure IV.4: Représentation graphique de la Résistance à la compression du béton à 28 jours en fonction du rapport E/C	85
Figure IV.5: Représentation graphique de la Résistance à la compression du béton à 28 jours en fonction du rapport E/C	86
Figure IV.6: Module d'élasticité à 28 jours	87
Figure IV.7: Module d'élasticité à 90 jours	88
Figure IV.8: Eprouvette d'essai de perméabilité	90

Figure IV.9:Entrée d'eau par pression	90
Figure IV.10:Perméamètre à l'eau (Laboratoire de développement des géomatériaux	91
Figure IV.11:Eprouvette confectionnées	91
Figure IV.12: Mise en place de L'éprouvette dans l'appareil	91
Figure IV.13: Coefficients de la perméabilité à l'air à 28 jours en fonction de E/C	95
Figure IV.14: Coefficients de la perméabilité à l'eau à 28 jours en fonction de E/C	96
Figure IV.15: coefficient de la perméabilité à l'eau à 90 jours en fonction de E/C	97
Figure IV.16: coefficient de la perméabilité à l'air à 90 jours en fonction de E/C	97
Figure IV.17: Photos présentant la sortie de l'eau latéralement de l'éprouvette sous l'effet de l'eau en pression	98
Figure IV.18: relation entre la perméabilité et la résistance à 28 jours(Béton conservé à l'eau)	99
Figure IV.19: relation entre la perméabilité et la résistance à 90 jours(Béton conservé à l'eau)	99
Figure IV.20: relation entre la perméabilité et la résistance à 28 jours(Béton conservé à l'air)	100
Figure IV.21: relation entre la perméabilité et la résistance à 90 jours (Béton conservé à l'air)	100
Figure IV.22: Schéma de l'échantillon en poudre à analysé	105
Figure IV.23: vue d'ensemble du diffractomètre de l'université de M'sila	105
Figure IV.24: X'Pert PRO diffractomètre de l'université de M'sila	106
Figure IV.25: D 5000 Seimens Laboratoire LCPC - INSA Toulouse	106
Figure IV.26: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans l'eau	109
Figure IV.27: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé à l'air	110
Figure IV.28: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 5 % de CaSO ₄	111
Figure IV.29: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 10 % de CaSO ₄	112
Figure IV.30: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 5 % de MgSO ₄	113
Figure IV.31: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 10 % de MgSO ₄	114
Figure IV.32: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 5 % de H ₂ SO ₄	115
Figure IV.33: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 10 % de H ₂ SO ₄	116
Figure IV.34: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 5 % de (NH ₄) ₂ SO ₄	117
Figure IV.35: Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 10 % de (NH ₄) ₂ SO ₄	118
Figure IV.36: Mortier conservé dans une solution de 10% de H ₂ SO ₄	119
Figure IV.37: Mortier conservé dans une solution de 10% de (NH ₄) ₂ SO ₄	119
Figure IV.38: Mortier conservé à l'air	120
Tableau IV.39:Profondeur de carbonatation en fonction de la solution de conservation	122

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre 1-

Tableau I.1 : solubilité de la portlandite en fonction de la température	11
--	----

Chapitre 3 –

Tableau III-1 : Classification des solides et différentes méthodes d'analyse appliquées	58
---	----

Chapitre 4 –

Tableau IV.1 : Caractéristiques physiques du sable utilisé	72
Tableau IV.2 : Analyse granulométrique du sable utilisé	73
Tableau IV.3 Analyse chimique du sable	74
Tableau IV.4 : Caractéristiques physiques du gravier utilisé	74
Tableau IV.5 : Caractéristiques physiques du gravier (3/8) utilisé	75
Tableau IV.6 : Caractéristiques physiques du gravier (8/16) utilisé	75
Tableau IV.7 : Analyse chimique du gravier	76
Tableau IV.8 : Caractéristiques physiques du ciment utilisé	76
Tableau IV.9 : Analyse chimique du ciment	76
Tableau IV.10 : Caractéristiques du Médafluide SFR122 (Adjuvant fluidifiant)	77
Tableau IV.11 : les différentes éprouvettes confectionnées et le mode de conservation	79
Tableau IV.12 : les affaissements des différents bétons confectionnés	81
Tableau IV.13 : Résistance à la compression du béton à 28 jours	84
Tableau IV.14 : Résistance à la compression du béton à 90 jours	85
Tableau IV.15 : Module d'élasticité du béton à 28 jours	86
Tableau IV.16 : Module d'élasticité du béton à 90 jours	87
Tableau IV.17 : Eprouvettes confectionnées pour les essais de perméabilité et mode de conservation.	93
Tableau IV.18 : les valeurs de la pression appliquée pendant l'essai de perméabilité	94
Tableau IV.19 : Coefficients de perméabilité à 28 jours	95
Tableau IV.20 : Coefficients de la perméabilité à 90 jours	97
Tableau IV.21 : Types et concentration d'agression	103
Tableau IV.22 : Milieux agressifs de conservation	104
Tableau IV.23 Minéraux enregistrés avec les angles des pics et les nombres de coups (intensité)	108
Tableau IV.24 : Profondeur de carbonatation des mortiers conservés dans les différents milieux agressifs.	122

Chapitre I

Effets des milieux agressifs

sur la durabilité du béton

I.1 – CHIMIE DES CIMENT ET MECANISME D'ATTAQUE DU BETON PAR LES AGRESSIONS CHIMIQUES :

Avant d'étudier le comportement chimique des bétons vis-à-vis des milieux extérieur, en particulier, les agressions causés par les sulfates, nous proposons une aidée sur la chimie des ciments et le mécanisme d'attaque du béton par les agents agressifs

I.2 – CHIMIE DU CIMENT :

I.2.1 – le ciment :

Les normes internationales définissent le ciment Portland comme étant le résultat de la mouture du clinker obtenu par cuisson (vers 1450°C), jusqu'à fusion partielle (clinkérisation) dans des fours rotatifs. Le produit de départ sont le carbonate de calcium ou le calcaire (80 %) et l'argile (20 %). Sous la haute température, les éléments se combinent pour donner des silicates de calcium (principalement le silicate tricalcique C3S, qui représente 50 à 70 % du clinker), le silicate bicalcique C2S (15 à 30%), l'aluminate tricalcique C3A (5% à 15%) et l'aluminoferrite de calcium C4AF (5% à 15%).

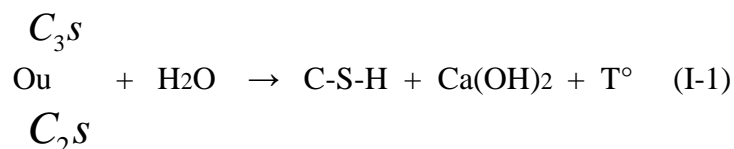
- silicate tricalcique C3S (50 à 70 %) : 3CaO.SiO₂
- silicate bicalcique C2S (15 à 30 %) : 2CaO.SiO₂
- aluminate tricalcique C3A (5 à 15 %) : 3CaO.Al₂O₃
- aluminoferrite tetracalcique C4AF (5 à 15 %) : 4CaO.Al₂O₃.Fe₂O₃

Une petite quantité de sulfate de calcium (environ 5%) est ajoutée lors du broyage, comme régulateur de prise (gypse, hémihydrate, anhydre).[1]

I.2.2 – l'hydratation du ciment :

La pâte de ciment hydraté est le résultat de la réaction chimique entre l'eau et le ciment (la réaction d'hydratation). C'est un processus chimique complexe où les principaux composés du ciment réagissent pour former de nouveaux composés insolubles qui durcissent avec le temps. C'est surtout l'hydratation du C3S et du C2S qui participent le plus au développement de la résistance, en produisant du silicate de calcium hydraté C-S-H et de la portlandite $Ca(OH)_2$. [2]

Très sommairement la réaction d'hydratation du C₃S et du C₂S est la suivante :



Les réactions se poursuivent lentement pendant une à plusieurs heures, le béton reste maniable. Ensuite, la pate prend de la consistance, c'est le début de prise. Les cristaux de portlandite et du silicate de calcium s'enchevêtrent et remplissent peu à peu les pores. Le matériau devient de plus en plus dense et solide. [1]

Au bout de dizaine d'heures, l'hydratation ralentisse de plus en plus, elle peut se poursuivre pendant des années, tant qu'il reste du ciment anhydre et de l'eau dans les pores

capillaires. la résistance du matériau s'améliore progressivement, mais de plus en plus lentement. Au bout de quelque mois, toute l'eau est consommée par les réactions d'hydratation provoquant une dessiccation progressive des capillaires. C'est ainsi qu'on trouve encore des grains de ciment qui n'ont pas fini de réagir, dans des bétons très ancienne. On peut dans une certaine mesure empêcher cette auto- dessiccation en conservant le béton dans l'eau (cure par immersion). [1]

Les fibres de C-S-H ont la propriété de se souder à elle-même et aux parois environnantes. On peut dire qu'elles constituent la "colle " du béton. Ce sont l'origine de la résistance mécanique du béton.

La cinétique d'hydratation du C₂S est beaucoup plus lente que celle du C₃S. A court terme, les silicates hydratés formés proviennent donc majoritairement du C₃S, qui a un rôle prépondérant dans les montées en résistance à court terme des bétons. L'hydratation plus lente du C₂S après 28 jours, conduit à l'amélioration des résistances à long terme.

I.2.3 Hydratation des aluminates (C₃A) et rôle du gypse :

L'hydratation des aluminates tricalciques est très rapide, et par conséquent intervient dans les premiers instants de l'hydratation d'un ciment. Les hydrates formés précipitent immédiatement autour des grains de ciment et perturbent l'hydratation des silicates en limitant la surface de dissolution. Ce phénomène provoque de plus, une rigidification précoce du matériau perturbant sa mise en œuvre, limitant la quantité de C-S-H et de la portlandite formés et pénalisant donc les résistances mécaniques à long terme.

Le gypse (CaSO₄.2H₂O) permet de régler l'hydratation de l'aluminate tricalcique, la réaction devient plus lente. Dans la première étape, l'aluminate tricalcique et le gypse se dissolvent rapidement, cette réaction est accompagnée par un dégagement thermique important. Les ions ainsi formés se combinent pour former des cristaux d'ettringite appelé encore trisulfoaluminate de calcium hydraté ou (ettringite primaire) [Ca₂Al(OH)₆]₂ Ca₂(SO₄)₃, 25H₂O. La prise est très courte que le ciment est riche en C₃A. [1]

La teneur en gypse des ciments étant limitée par les normes, il y a donc en général un excès de C₃A par rapport au gypse. La formation de l'ettringite consomme la totalité du gypse et au bout de 10 à 24 heures, c'est-à-dire bien avant la prise du ciment, le gypse est totalement consommé. La solution va devenir saturée en ettringite qui va se dissoudre et devenir la source d'ion de sulfate, qui forme avec l'aluminate excédentaire un nouveau composé, le monosulfoaluminate de calcium hydraté [Ca₂Al(OH)₆]₂ SO₄, 15H₂O. L'ettringite est totalement transformé en monosulfoaluminate au bout de quelques semaines, et au-delà d'un mois le monosulfoaluminate réagit lentement avec l'aluminate et l'aluminoferrite excédentaire pour donner un aluminoferrite de calcium hydraté complexe. [1]

La figure I.1 montre une représentation schématique d'une pâte de ciment partiellement hydratée.

On y retrouve : [2]

- Des grains de ciment (10 à 80 µm au départ) partiellement hydratés et recouverts d'une couche d'hydrates.
- Des capillaires remplis ou partiellement remplis d'eau
- Des hydrates (surtout des C-S-H et de la chaux hydraté ou portlandite Ca(OH)₂

- qui remplissent graduellement les espaces entre les grains de ciment.
- Les pores de gel ne sont pas représentés (trop petits) et les bulles d'air sont trop grandes pour apparaître sur cette figure.

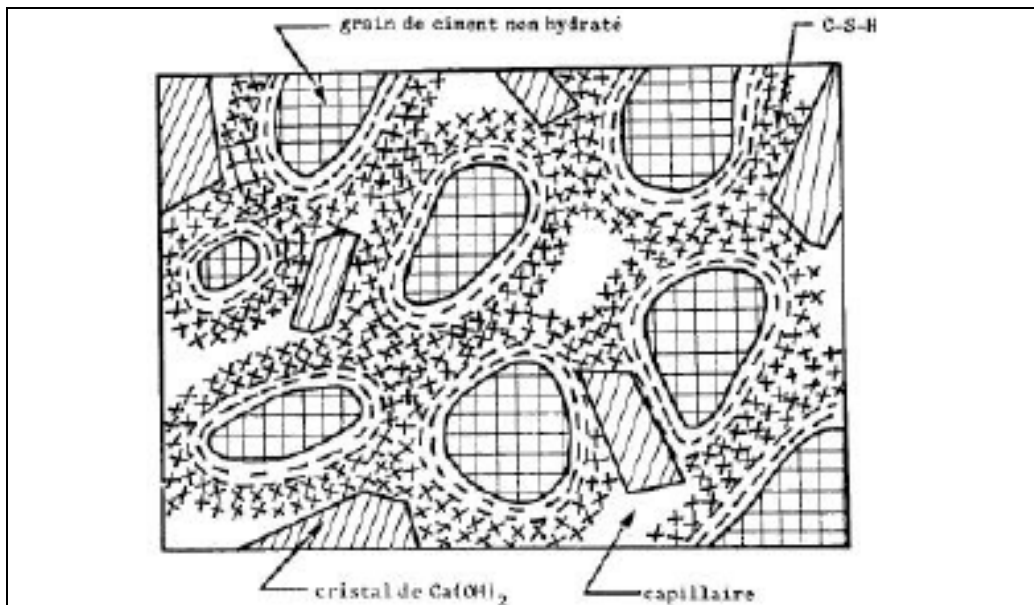


Figure I.1: Représentation schématique de la pâte de ciment hydraté

Les ciments portland peuvent être additionnés de divers minéraux naturels ou artificiels, ce qui permet de moduler certaines de leurs propriétés. Les pourcentages sont en générale de 12 % à 15 % et peuvent aller jusqu'à 35 % pour les ciments CPJ et plus de 80 % pour les CLK (ciment de laitier au clinker).

- Le laitier de haut fourneaux se dissout et participe à la formation des hydrates. Les ciments aux laitiers contiennent moins de portlandite, plus de C-S-H et d'aluminates hydratés que les ciments portland pure.
- Les pouzzolanes et les cendres volantes produit un effet plus lent et consomme la portlandite pour former des C-S-H. [1]

I.3 - COMPORTEMENT DU BETON VIS-A-VIS DES MILIEUX EXTERIEURS :

I.3.1 Introduction :

Le béton qui a un PH de l'ordre de 13, lorsqu'il est plongé dans un milieu différent de son milieu naturel, les équilibres chimiques des hydrates vont être déplacés vers un nouvel équilibre qui se traduit par une étape de décomposition de la partie superficielle du matériau.

La dissolution des hydrates du ciment et l'arrivé des ions du milieu extérieur agresseur vont modifier la microstructure locale du matériau et aboutissant à des dégradations ainsi qu'à des processus auto réparateurs (densification de la structure) [1]

L'état du matériau avant son exposition aux agents extérieurs joue un rôle important pour son comportement ultérieur. En effet, la perméabilité du matériau conditionne la pénétration des agents chimiques, cette perméabilité peut être diminuée par une formulation

adéquate (faible rapport E/C, remplissage granulaire correct), une mise en œuvre soignée et une cure suffisante en milieu humide. Les hydrates remplissent suffisamment les pores capillaires et interrompent la percolation des fluides au sein du béton, et l'agression ne concerne plus dans ce cas que la surface ce qui donne un mécanisme de défense efficace à la pâte de ciment. [1]

La porosité et la perméabilité du béton jouent un rôle important dans ses échanges avec l'extérieur, un béton construit dans les règles de l'art résiste dans la plupart des cas aux agressions chimiques. Il est capable de construire des barrières d'hydrates, ces barrières ralentissent et peuvent empêcher la progression des ions agresseurs vers le cœur du béton. Le béton est capable aussi de réparer lui-même les fissures ou les dommages au cours des agressions chimiques en utilisant le clinker résiduel anhydre et en présence d'eau.

L'abréviation pH signifie potentiel hydrogène, elle traduit l'acidité ou l'alcalinité d'une solution.

Le pH d'une solution est donc donné par la formule :

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

où $[\text{H}^+]$ représente la concentration en ions hydrogène.

L'échelle de pH varie de 0 à 14; les solutions acides présentent un pH inférieur à 7; les solutions basiques un pH supérieur à 7; une solution neutre a un pH de 7.

I.3.2 Capacités de résistance du béton à l'agression chimique :

L'agression chimique comporte une première étape de dissolution des hydrates de surface, ensuite une étape de précipitation d'autres nouveaux composés.

Comme l'avait observé Le Chatelier dès le début du siècle, le fait que les ions agresseurs diffusent en sens inverse des ions fournis par le ciment va conduire à la formation des barrières d'hydrates qui seront constitués d'une série de fronts successifs.[1]

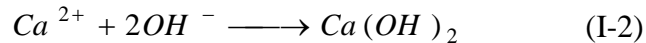
L'état du béton au moment de son exposition au milieu extérieur joue un rôle important sur sa durabilité. Les proportions des constituants, la répartition des différents volumes et surtout l'avancement des réactions d'hydratation qui traduit la réduction de la porosité en remplissant les pores capillaires par les hydrates. Ces réactions dépendent de la nature des hydrates qui sont liés au ciment : les silicates de calcium hydratés vont former des structures proches des gels, alors que l'ettringite (trisulfate d'aluminium de calcium) va former des aiguilles, dans le cas du hydroxyde de calcium, il y a formation de gros cristaux massifs.

Ces hydrates vont donner les structures et les différents modes d'organisation dans la matière et cela selon la composition initiale du ciment, par exemple, un ciment riche en silicate tricalcique donnera des quantités plus importantes de silicate de calcium hydraté qui constitue la colle et qui est la source de la résistance mécanique du béton.

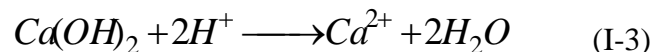
La cure et la température atteinte au moment de fabrication du béton jouent un rôle important en ce qui concerne la quantité et la nature des hydrates, et dont le comportement vis-à-vis des agressions chimiques. [1]

I.3.2.1 Mécanismes régulateurs (effet tampon) :

Dans la chimie des réactions acide-base, l'effet tampon correspond à l'ajout d'un acide ou d'une base pour établir l'équilibre. L'élévation du PH produite par une base par exemple de la soude, cette élévation sera limitée la présence de portlandite qui fournit des ions de calcium.



En sens inverse, tant qu'il y a de la portlandite en excès, cette réaction va fournir des ions de calcium. De même, l'abaissement du PH produit par l'ajout d'un acide sera limité par la réaction suivante issue de la réaction :



Une suspension de portlandite sera donc capable de régler efficacement le PH.

Pour le mélange d'hydrates en suspension, on peut parler de super - tampon, par exemple, un mélange de gypse et de portlandite tamponnent beaucoup mieux la suspension que la portlandite ou le gypse seul.

Dans le cas du béton où il y a présence simultanée de nombreux hydrates du ciment, l'effet super - tampon est plus puissant ce qui fournit au béton des capacités originales de résistance à l'agression chimique. [1]

I.3.2.2 L'état ultime de super - tampon du béton :

Lorsque la proportion de l'acide agresseur (en surface notamment) et le temps de contact sont très importants, le PH finit par baisser au dessous de 9, domaine où aucun hydrate basique n'est stable. On assiste alors à la précipitation du gypse, d'hydroxyde de calcium, de fer et d'aluminium qui constituent un gel. L'action de l'acide carbonique de l'air précipite le calcium sous forme de carbonate. Ces éléments pourront aboutir à la dégradation de l'ouvrage.

Le mécanisme de super - tampon du béton peut être pris en défaut par exemple dans le cas où le béton est soumis à un lessivage prolongé par des eaux de pluie. [1]

I.3.3 Système de défense du béton contre les agressions chimiques :

Pendant la période d'hydratation normale du ciment, un gonflement structural créé et génère des espèces cristallines comme la portlandite et l'étringite). La microporosité ainsi créée est compensée par la formation de gel de silicate de calcium hydraté (C-S-H) qui est capable de cicatriser tous les pores.

Dans le cas d'agression chimique externe, le béton va accélérer ce mécanisme de cicatrisation en utilisant son stock de silicate tricalcique ainsi que l'eau extérieure qui pénètre dans les pores avec les ions agressifs.

A long terme, si le stock de clinker anhydre est épuisé, le système de cicatrisation ne peut plus agir et les ions agressifs peuvent alors pénétrer à l'intérieur du béton.

La porosité du béton au moment de l'agression chimique est un paramètre important dans la défense du béton face aux agressions extérieures. la porosité dépend de la compacité, du rapport E/C et de la cure.

Un béton de faible porosité conduit à une absence de macro fissuration ; le taux de pénétration des agressions est plus faible, le béton dépensera ainsi moins vite son stock d'énergie en consommant moins de clinker.

Dans un béton bien dosé, il est susceptible de réduire la porosité à une valeur telle que la pénétration des ions soit quasiment stoppé. [1]

Les processus d'hydratation se produisent dans la masse du béton, alors, que les processus d'agressions sont localisés au voisinage de la surface, les conditions de transport des ions agresseurs ont une influence très grande sur la vitesse d'attaque que les concentrations. La perméabilité du béton est alors un facteur important dans la protection du béton contre les agressions.

Les mécanismes de défense du béton tendent à le protéger par une barrière étanche aux ions agressifs en utilisant son stock d'énergie chimique. [1]

Pour expliquer ce phénomène de barrière de protection, deux exemples sont donnés [1]

➤ **barrière contre le dioxyde de carbone atmosphérique :**

Le système de défense formé par les hydrates est moins efficace à la surface à cause de l'agression des acides qui sont permanents et en quantité illimitée. Cette agression est formée par : l'acide carbonique, l'acide sulfurique et les nitriques des pluies acides. Lorsque le PH descend en moins de 9, et suite à la réaction eau-ciment, il se forme en surface une couche composée constituée par le carbonate de calcium, les hydroxydes de fer, d'aluminium et de la silice qui ont une structure de gel. Cette couche non seulement consomme une quantité importante d'acide, mais ralentit considérablement la progression des acides et plus l'agression est offensive, plus la barrière de gel devient épaisse.

Cette barrière qui constitue la peau du béton exposée à l'air est formée d'une couche de très petits cristaux de carbonate de calcium, au dessous on trouve les hydroxydes d'aluminium puis le gel de silice avant de trouver le silicate de calcium hydraté.

➤ **Action des eaux de mer :**

Les eaux de mer contiennent principalement des ions de sodium et chlore et également des ions de magnésium, calcium, sulfate, potassium et bicarbonate.

Vicat en 1890 avait montré que le sulfate de magnésium contenu dans les eaux de mer attaque la chaux des ciments en donnant du sulfate de chaux et de la magnésie précipitée.

Vers 1900, Le Chatelier en analysant l'action de l'eau de mer sur les ciments, avait mis en évidence la formation de couches protectrices de brucite ($Mg(OH)_2$) et de carbonate de calcium.

L'eau de mer qui à un PH voisin de 7, se comporte comme un acide vis à vis du béton et à l'interface eau béton se forme l'aragonite qui provient de la transformation de la calcite du béton qui se dissout, l'aragonite est une autre variété de carbonate de calcium plus stable en présence de magnésium, puis une fine couche d'hydroxyde de fer, d'aluminium et de gel de silice.

La résistance du béton à l'eau de mer dépend principalement de la résistance des couches superficielles à l'abrasion et des dégâts mécanique produits par l'environnement (sable, zone de marne qui un mélange naturel de calcaire et d'argile) que de la composition du ciment.

I.4 LA DURABILITE DU BETON DANS LES EAUX AGRESSIVES :

I.4.1 Introduction :

Le comportement du béton dans les environnement agressif, dépend de l'environnement (nature, concentration, renouvellement ou non des éléments agressifs) et du béton lui-même (nature et dosage des constituants, conditions de fabrication).

Les milieux les plus agressifs sont soit des acides, soit salins (chlorures, nitrates mais surtout sulfates) et on peut avoir deux sortes de dégradations du béton :

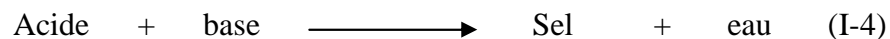
- dégradation des ouvrages par dissolution et érosion en cas d'attaque par les acides.
- fissuration et éclatement dans le cas des attaques sulfatiques. [1]

Pour avoir un béton durable, il suffit dans la majorité des cas, réaliser un béton suffisamment dosé en ciment et très compacte. Le respect des exigences concernant la composition chimique du ciment pour maîtriser des situations très sévères.

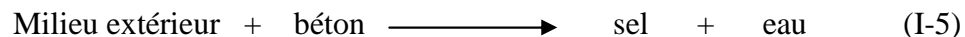
Le béton est un solide poreux, il renferme :

- 15 à 20 % d'une base forte
- Environ 70 % de C-S-H qui peuvent être considère comme des sels d'acide faible (Silicique) et de base forte (Ca (OH)₂).
- 10 à 15 % d'aluminates te sulfoaluminates de calcium hydraté.
- Une solution interstitielle, dans les pores et les capillaires, enrichie en alcalins (NaOH et KOH) dont le PH varie de 12.5 à 13.5. [1]

On peut conclure que le béton est en déséquilibre avec le milieu extérieur car le PH de l'environnement est bien inférieur à 12 et on peut écrire :



Ce qui donne :



Si un béton est correctement formulé et mis en œuvre, il sera peu poreux, donc peu accessible aux fluides ambient et les phases réactives n'entrant pas en contact, ainsi les risques seront très faibles.

Lorsque le PH des solutions et agressives est supérieurs à 6, un béton correctement mis en œuvre peut ne subir que des altérations tolérables au cours de la durée de vie pour laquelle il a été conçu.

Certaines agressions chimiques peuvent d'ailleurs améliorer la durabilité du béton (carbonatation superficielle du béton par le dioxyde de carbone atmosphérique). [1]

I.4.2 Mécanisme de dégradation du béton :

I.4.2.1 les divers agents agressifs :

Les agents chimiques agressifs peuvent être classés en quatre catégories :

a/ les gaz: qui sont d'origine naturelle, résultant de pollutions atmosphériques et de fermentations. On peut rencontrer comme gaz:

- les dioxydes de carbone, de soufre et d'azote.
- L'hydrogène sulfuré
- Les vapeurs chlorées
- L'ammoniac

b/ les liquides organiques et inorganiques qui agissent par leur caractère acide ou basique et par les ions agressifs qu'ils peuvent contenir.

c/ les solides: qui sont soit des sols ou des déchets d'origine divers.

d/ les milieux biologiques par exemple les attaques mécaniques et chimiques par certains organismes présent dans l'eau de mer. [1]

I.4.2.2 Dives modes d'action des agents agressifs :

a/ Mode d'action des gaz : le transfert de gaz dans le béton se fait par diffusion et dépend très fortement de l'humidité relative du béton. Il est négligeable dans le béton saturé et augmente avec la réduction de l'humidité. Les gaz ne sont pas agressifs mais du fait de leurs solubilités, ils peuvent former avec l'eau des solutions agressives.

b/ Mode d'action des liquides : les liquides peuvent faire le transfert dans le béton soit par un mouvement sous gradient de pression hydraulique ou capillarité, soit par diffusions ioniques ou moléculaires.

c/ Mode d'action des solides : la nocivité des solides est liée à leur capacité d'extraction et de passage en solution dans l'eau avec lesquelles ils entrent en contact.

d/ Mode d'action des agents biologiques : les réactions biologiques peuvent conduire à la production d'acides, en particulier l'acide sulfurique.

C'est l'association des agents avec l'eau (liquide ou vapeur) qui constitue la solution chimiquement agressive pour le béton. [1]

I.4.2.3 Mécanisme de l'interaction entre les agents agressifs et les constituants du béton :

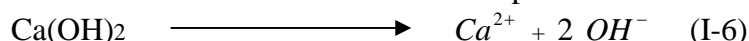
il existe deux modes de l'interaction entre les constituants du béton et les agents agressifs :

a/ Dissolution :

La dissolution d'un acide, d'une base ou d'un sel dans l'eau est une réaction de dissociation totale ou partielle en ions.

La dissociation d'un acide fort, d'une base forte, des sels d'un acide fort et d'une base forte est complète ou presque complète. Ainsi, la portlandite (l'hydroxyde de calcium) Ca(OH)_2 qui est une base forte se dissocie en ions Ca^{2+} + et OH^- . [1]

La solubilité de la portlandite Ca(OH)_2 dans l'eau à 25 °C est 1.15 g/l et il n'y a pas de molécule de portlandite dans la solution car la dissolution est complète :



Dans le cas d'un acide faible ou d'une base faible, la dissolution n'est que partielle.

b/ Hydrolyse :

L'hydrolyse est le nom donné à la dissolution lorsque les ions provenant de la dissolution d'un sel d'acide faible ou de base faible réagissent sur l'eau. Cette dernière se décompose en produisant de proton H^+ (ou H_3O^+) ou d'hydroxyles OH^- .

Des phénomènes de dissolution et d'hydroxyle interviennent lorsque des eaux douces renouvelées circulent au contact du béton. La portlandite se dissout en premier en raison de sa solubilité élevée dans l'eau pure (1.2g/l à 20 °C. ensuite, il y a décomposition des autres composés hydratés sous l'action des protons de l'eau.

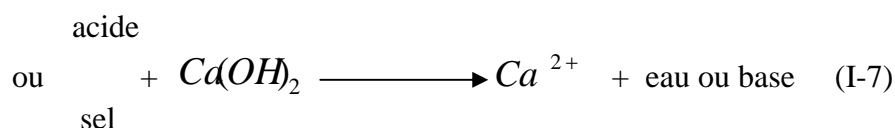
L'hydrolyse conduit à un lessivage ou à un lixiviation de la chaux des composés de la pâte du ciment durcie provoquant ainsi un accroissement de la porosité et une déstructuration progressive du liant. [1]

I.4.2.4 Réaction entre le milieu environnant et la pâte du ciment hydratée :

Trois types de réactions d'altérations peuvent se présenter séparément ou simultanément :

➤ formation de sels de calcium solubles :

Les solutions d'acides et de sels peuvent avoir une réaction avec les composés hydratés et principalement la portlandite en donnant des sels de calcium :



La dissolution progressive de la portlandite provoque une diminution de l'alcalinité, un accroissement de la porosité et une réduction de la résistance mécanique.

Parmi les acides, on peut citer : les acides chlorhydriques, sulfurique, nitrique et carbonique. Les nitrates et les chlorures (d'ammonium et de magnésium) sont les sels les plus agressifs pour le béton.

➤ **Formation de sel de calcium non expansif :**

Les anions de certains acides forment le sel de calcium insoluble ou très peu soluble qui précipite dans les pores. Ces sels sont considérés comme peu agressifs, on peut citer par exemple les acides phosphoriques, tartrique et oxalique.

➤ **Substitution d'ions calcium dans les silicates hydratés :**

C'est le résultat d'un échange entre les C-S-H de la pâte de ciment durcie et la solution agressive.

Les solutions de sel de magnésium peuvent remplacer progressivement les ions Ca^{2+} des C-S-H par des ions Mg^{2+} et le composé ainsi formé (Brucite) n'a pas de propriétés liantes.

Lorsque la concentration d'une solution dépasse la limite de saturation, des cristaux se forment engendrant ainsi des pressions suffisantes pour provoquer la fissuration d'un matériau.

La cristallisation de composés expansifs est mise en évidence au cours de l'attaque du béton par les sulfates. En réagissant sur les constituants du ciment, ces sels donnent naissance à des composés nouveaux : le gypse, $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ et l'ettringite, $C_3A \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O$. [1]

I.4.3 Durabilité du béton dans les environnements acides (risque de dissolution) :

Les milieux acides susceptibles d'être agressifs pour le béton débutent des eaux pures, s'étendent aux eaux douces, peu ou beaucoup chargées en dioxyde de carbone, puis aux pluies acides, acides minéraux et organiques et les eaux résiduaires. [1]

I.4.3.1 Durabilité du béton dans les eaux naturelles :

L'agressivité d'une eau naturelle est en fonction du PH, la dureté et la teneur en dioxyde de carbone agressif.

➤ le PH d'une eau traduit son caractère acide ou basique :

Une eau est acide si elle renferme du dioxyde de carbone, des acides minéraux ou des sels d'acide fort et de base faible.

Elle sera basique si elle contient des bicarbonates, des carbonates ou des hydroxydes.

➤ la dureté (ou titre hydrotimétrique) d'une eau est la somme des concentrations en cations métalliques.

En France la définition du degré hydrotimétrique représente 10 mg/l de $CaCO_3$.

➤ Le dioxyde de carbone agressif représente une partie du dioxyde de carbone dissous dans toute eau naturelle :

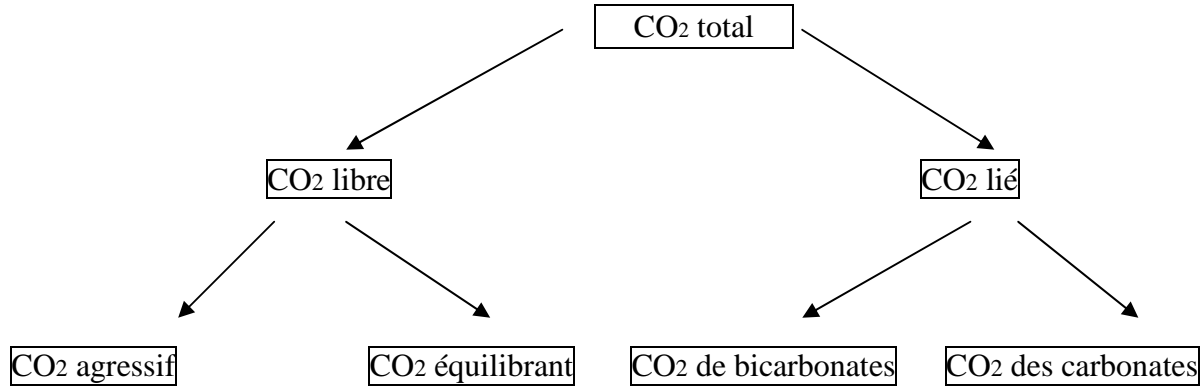
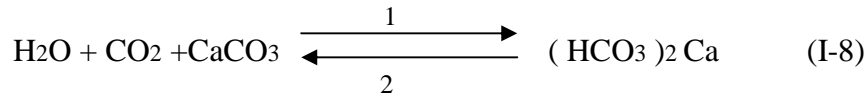


Figure I 2: Mode d'action du CO₂

Le dioxyde de carbone équilibrant représente la quantité de dioxyde de carbone libre nécessaire pour maintenir les bicarbonates en solution, selon la relation :



Le dioxyde de carbone agressif représente le surplus du CO₂ libre par rapport au CO₂ équilibrant. La loi de Chatelier indique que l'équilibre est déplacé suivant la direction 1 : il y a dissolution du carbone d'où le CO₂ agressif qui est corrosive.

Si la teneur en CO₂ libre est inférieure à celle du CO₂ équilibrant, l'équilibre se déplace en direction 2 et il y a précipitation de carbonate. [1]

I.4.3.1.1 Eau pure et eau douce :

Les eau douces de titre alcalimétrique inférieur ou égale à 1 méq/l (1 méq/l = 5 degré hydrométrique et le degré hydrométrique français représente 10 mg/l de CaCO₃), de teneur en dioxyde de carbone agressif comprise entre 15 et 30 mg/l et de PH 5.5 à 6.5 sont classées dans la catégorie des environnements faiblement agressifs par la documentation AFNOR P 18 -011.

En générale, les bétons sont peu sensibles aux attaques par les eaux pures à condition qu'ils soient compacts.

Les bétons peu compacts peuvent être attaqués par les eaux pures faiblement agressives, l'attaque consiste en une dissolution de la portlandite.

Le tableau I.1 montre que pour des températures courantes, la solubilité de la portlandite est importante

Température en ° C	0	15	20	30	40	50	60
Solubilité (g/ l)	1.31	1.29	1.23	1.13	1.04	0.96	0.86

Tableau I.1 solubilité de la portlandite en fonction de la température

Le lessivage de la portlandite dans les eaux faiblement agressives, PH de 5 à 6 montre que la teneur en chaux diminue dans la zone superficielle, le lessivage est plus important à 20 ° C.

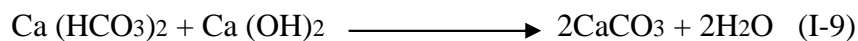
Les silicates et les aluminates moins solubles, sont attaqués plus tardivement. La dissolution de leur calcium provoque un accroissement de leur microporosité et une diminution du rapport CaO/SiO₂.

Le processus d'attaque du béton par les eaux est dû soit à la circulation des eaux à la surface provoquant une érosion progressive, soit à une percolation du liquide sous gradient de pression hydraulique. Le résultat de cette attaque est la perte de masse et d'alcalinité dues au lessivage de la portlandite provoquant une augmentation de la porosité et de la perméabilité, une chute de la résistance et une diminution de la cohésion.

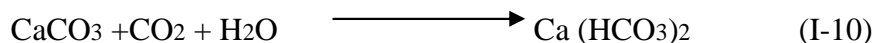
Le lessivage de la portlandite est détecté visuellement par la formation à la surface du béton de concrétions, de stalactites, de coulures ou d'efflorescences blanchâtre provoquées par la précipitation de carbonate de calcium sous l'effet du CO₂ atmosphérique.

Les ciments moins riches en calcium sont plus résistants aux eaux douces. C'est le cas des ciments avec additions minérales (laitier, cendres, pouzzolane et fumées de silice) dont l'hydratation libère peu ou pas de portlandite.

L'attaque du béton par les eaux douces chargés en dioxydes de carbone se manifeste par la dissolution de la portlandite et en degré moins des C-S-H ainsi que la précipitation de carbonate de calcium qui accroît la compacité du béton .



La précipitation de carbonate de calcium permet ainsi à nouveau la formation de bicarbonate et le processus se répète :



Comme dans le cas des bétons au contact d'eau pures, on constate que la dégradation par les eaux chargés de CO₂ est fonction de la teneur en portlandite. C'est-à-dire du type de ciment. Les bétons sont plus résistants dans le cas des ciments libérant moins de portlandite.

Il a été conclu par [1] que l'attaque par les eaux douces agressives dépend de la teneur en dioxyde de carbone agressif, des possibilités de renouvellement de l'eau, de la compacité du béton et du type de ciment. La lixiviation des ions Ca^{2+} est d'autant plus grande que le ciment contient moins de chaux. [1]

I.4.3.1.2 Pluies acides (cas extrêmes des eaux douces) :

Les eaux de pluies « propre » ont un PH compris entre 5,6 et 7 suivant q'elles sont conditionnées par l'ammoniac d'origine biologique ou par le dioxyde de carbone. Ces pluies n'ont pas d'effets nocifs sur les bétons.

Les pluies dite acides dont le PH peut descendre moins de 4 sont agressifs suite à la pollution par les oxydes de soufre d'origine industrielle ou domestique (combustion de charbons, carburant). Le résultat est la formation d'acide sulfurique, des sulfates (d'ammonium et de sodium) et des oxydes d'azote.

Les pluies acides peuvent provoquer des dégradations causant ainsi des phénomènes de dissolution dus aux acides (sulfurique, nitrique, carbonique) et d'expansion dus à la cristallisation des sels. [1]

I.4.3.2 Durabilité du béton au contact de milieux acides :

L'action des milieux acides est identique dans son principe à celle des eaux pures et douces, mais elle est plus intense : la portlandite est dissoute en premier, puis les silicates et aluminates de calcium hydratés sont attaqués et perdent leur calcium.

Le degré de la nocivité des acides dépend du caractère soluble ou insoluble des sels qu'ils forment par réaction les hydrates calciques. On peut trouver les acides fréquemment dans les milieux suivants :

- Eaux naturelles
- Milieux industriels
- Les réseaux d'égouts
-

Le sucre qui n'est pas un acide, mais il doit être citer dans cette section, car il tend à dissoudre facilement la portlandite et plus difficilement les C-S-H et les aluminates de calcium. [1]

I.4.4 Durabilité du béton dans les environnements sulfatiques :

Les sulfates sont les plus nocifs du béton. Ils peuvent être d'origine naturelle, biologique ou de pollution domestiques et industrielle.

Dans les sols, on peut trouver les sulfates avec de faible concentration (0.01 à 0.05 % du sol sec). Et on peut trouver dans des régions des concentrations qui dépassent 5% dans les sols qui contiennent du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ou de l'anhydrite CaSO_4 .

Les sols alluviaux et argileux peuvent contenir des pyrites qui s'oxydent en sulfates au contact de l'air et de l'humidité avec formation de l'acide sulfurique qui fait réaction avec la carbonate de calcium qui donne à son tour naissance à du gypse.

Le sulfate d'ammonium peut provenir de l'utilisation intensive des engrais dans l'agriculture.

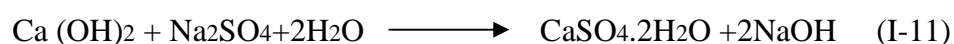
La source des sulfates peut être interne du béton dans le cas d'une pollution accidentelle des granulats (déchet de plâtre, par exemple) ou d'une utilisation de granulats gypseuse (la teneur en soufre totale, exprimé en SO_3 des granulats est limitée en France à 0.4 % par la norme NFP 15-319). Des teneurs supérieurs peuvent entraîner des graves désordres. [1]

I.4.4.1 Processus d'attaque par les sulfates seuls :

La dégradation du béton par les sulfates seuls est du principalement par le phénomène d'expansion en relation avec la cristallisation d'ettringite, dite « ettringite secondaire ».

La formation de l' ettringite secondaire est en deux étapes :

a/ formation du gypse dit secondaire par opposition au gypse primaire ajouté au ciment comme régulateur de prise. Ce gypse résulte d'une substitution entre la portlandite et le sulfate. Par exemple avec le sulfate de sodium :



Si la teneur en sulfate est élevée (supérieur à 1000 mg/l) et si la concentration locale en ions Ca^{2+} et SO_4^{2-} dans la phase interstitielle du béton excède le produit de solubilité du gypse. Ce dernier précipite. Le volume du gypse précité est à peu près le double du produit de départ et une expansion peut se manifester, le gypse se dessous et se cristallise dans les espaces libres de la pâte de ciment durcie.

b/ **réaction entre le gypse secondaire et les aluminates de calcium** du ciment pour former l'ettringite. Plusieurs scénarios sont envisagés :

- soit à partir de C3A anhydre :

$$C_3A + 3CaSO_4 \cdot 2H_2O + 24 - 26H_2O \longrightarrow C_3A \cdot 3CaSO_4 \cdot H_{30-32} \quad (I-12)$$
- à partir de l'aluminate tétracalcique hydraté C_4AH_{13} ou du monosulfoaluminate de calcium $C_3A \cdot CaSO_4 \cdot H_{12}$.

La cristallisation de l'ettringite est expansive ou non suivant la teneur en chaux dans la phase liquide.

Dans les ciments qui libèrent moins de portlandite (CHF, CLK, ciments sursulfatés), la cristallisation de l'ettringite n'est pas expansive .

En conclusion, la dégradation du béton est définie suivant les étapes suivantes :

- Mise en contact du béton avec la solution de sulfate.
- Pénétration des ions SO_4^{2-} par diffusion dans le béton.
- Pénétration du cation associé au sulfate et réaction de substitution :

Cation (Mg^{2+} , Na^+ , Na^+ , NH_4^+ , ...) \longrightarrow Ca^{2+} et formation de gypse en solution ou cristallisé suivant les concentration en SO_4^{2-} et en $Ca(OH)_2$.

- Réaction des ions sulfates avec les aluminates anhydres (C3A) ou hydraté (C_4A_x et $C_3A \cdot CaSO_4 \cdot H_{12}$) et formation in situ, d'ettringite expansive.
- Fissuration du béton sous l'effet de pression de cristallisation de l'ettringite.
- Augmentation de la pénétration des sulfates à travers les fissures.
- Progression de l'attaque et élargissement de l'épaisseur des fissures au cours du temps.
- Destruction plus au moins complète du béton. [1]

I.4.4.2 les sulfates les plus agressifs vis-à-vis du béton :

Les sulfates les plus agressifs vis-à-vis du béton sont :

- les sulfates de magnésium
- les sulfates d'ammonium.
- les sulfates de calcium.
- les sulfates de sodium.

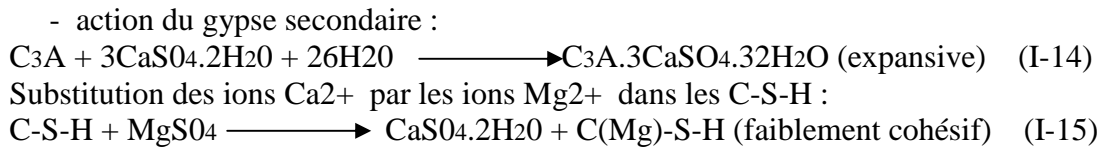
I.4.4.2.1 Les sulfates de magnésium :

Le sulfate de magnésium est très agressive (double action)

- substitution $Mg^{2+} \longrightarrow Ca^{2+}$:



Il y a formation du gypse secondaire cristallisé et précipitation du brucite.



On peut remarquer que l'attaque des sulfates engendre deux types de produits, un gypse secondaire qui est peu expansif et l'ettringite secondaire qui représente, d'après plusieurs recherches [1], la cause principale de la détérioration des mortiers et bétons exposés aux milieux sulfuriques.

Les eaux souterraines ou l'eau de mer sont souvent riches en sulfates de magnésium (MgSO_4). Dans ce cas, les deux ions, cations et anions, participent à la réaction. Les ions SO_4^{2-} réagissent avec les aluminates (ou la portlandite) pour former de l'ettringite (ou du gypse), tandis que les ions Mg^{2+} peuvent réagir avec les ions OH^- et forme de la brucite (Mg(OH)_2) ou causer un remplacement partiel du calcium par du magnésium dans les C-S-H.

Le silicate de magnésium hydraté (Mg-S-H) ainsi formé n'a pas de propriétés liantes, et par conséquent, la pâte hydratée devient molle et incohérente.

Un échantillon d'un béton ayant subi une attaque par le sulfate de magnésium est représenté dans les figures I.3 et I.4



Figure I.3: Échantillon d'un béton exposé à un environnement très agressif

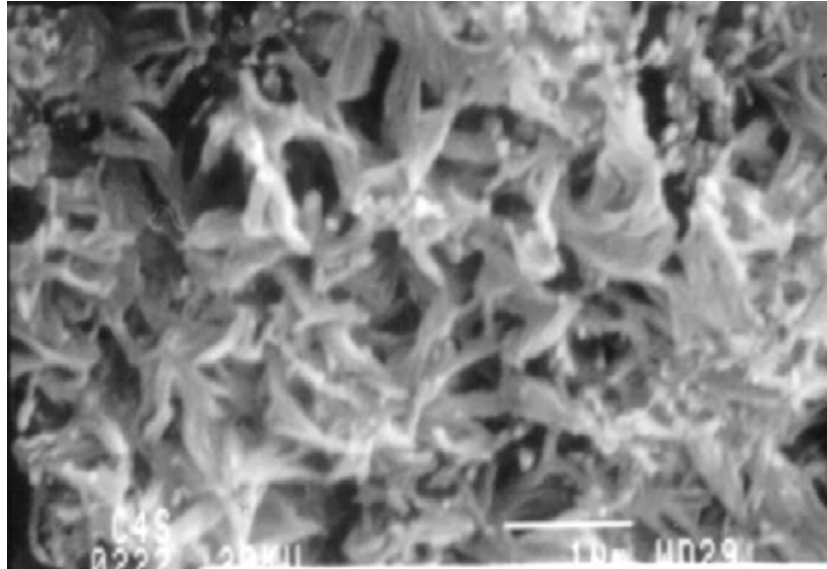


Figure I.4: Micrographe d'une pâte dégradée par la réaction avec le magnésium

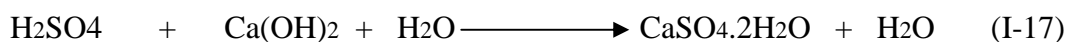
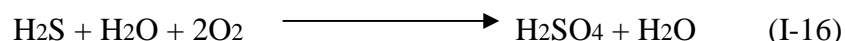
I.4.4.2.2 Les sulfates de calcium :

L'attaque par le sulfate de calcium ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ou CaSO_4 dans les sols) est plus lente en raison de sa faible solubilité.

Le sulfate de calcium n'attaque que l'aluminat de calcium hydraté pour former de l'ettringite expansive $\text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$. le nombre de molécule d'eau peut être de 32 ou de 31 selon la pression de vapeur ambiante. [1]

I.4.4.2.3 L'acide sulfurique et le sulfate d'ammonium :

Dans des cas spécifiques, le plus souvent dans les tuyaux d'égouts, certaines bactéries anaérobies libèrent du H_2S lorsqu'elles décomposent les matières organiques. Au contact avec l'air, le H_2S s'oxyde et se transforme en acide sulfurique (H_2SO_4) qui, à son tour, attaque les hydrates, particulièrement la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), selon les formules suivantes :



Acide sulfurique

portlandite

gypse

Le gypse formé occupe un volume plus grand que la portlandite, sa formation causant ainsi le gonflement et la fissuration de la pâte. Lorsque la concentration en sulfates est assez élevée, le gypse restera stable et de nouveaux cristaux de gypse continueront à se former. Cependant, lorsque l'apport des sulfates est faible, le gypse sera dissous en libérant des ions SO_4^{2-} qui, en réagissant avec des aluminates, formeront de l'ettringite qui occupe plus de place que les composants solides à partir desquels elle se forme, causant ainsi de l'expansion. [1]

Dans le cas de l'attaque du béton par les sels d'ammonium (nitrates, sulfates chlorures) qui sont très solubles dans l'eau, il y a formation du sel de calcium avec un dégagement gazeux d'ammoniac.

Avec le sulfate d'ammonium, la réaction avec la portlandite et les C-S-H conduit à former du gypse qui réagit à son tour avec les aluminates en donnant de l'ettringite expansive.

Dans les deux cas de l'attaque par l'acide sulfurique et le sulfate d'ammonium, il y a formation principalement du gypse et d'ettringite. Pour expliquer la forme des cristaux du gypse formé dans chaque cas et leurs orientations, plusieurs recherches ont été établies.

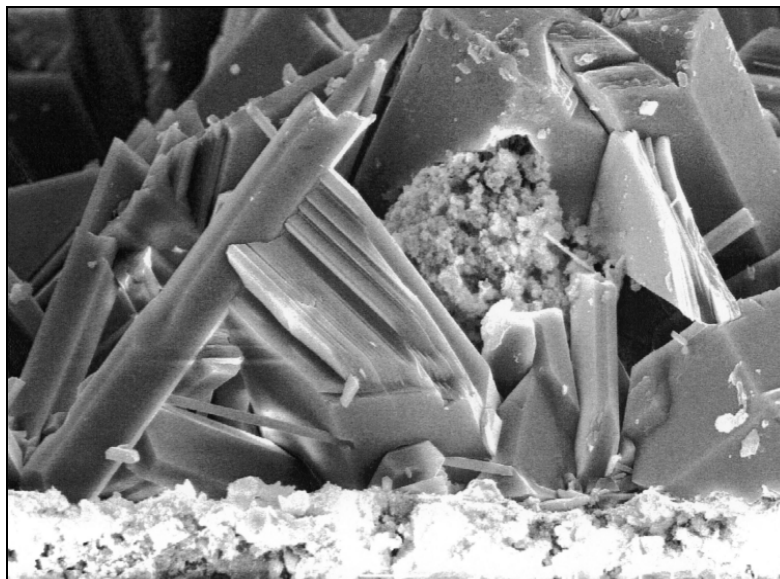
L'analyse de par un microscope électronique [5] à balayage de deux mortiers dont l'une qui a été conservé dans l'acide sulfurique et l'autre dans le sulfate d'ammonium ont donné les résultats suivants :

L'échantillon exposé dans le sulfate d'ammonium a montré une couche extérieure de fibres transparentes à l'oeil nu qui a ressemblé à une surface aciculaire. La longueur de ces cristaux était souvent de l'ordre des millimètres et de leur section, de l'ordre des dizaines de microns. L'analyse a confirmé que ces cristaux étaient du gypse.

La forme, l'orientation et la longueur des cristaux favorisent l'élargissement des microfissures et facilitent la pénétration des agents agressifs à l'intérieur du béton.

La surface des éprouvettes qui a été exposé à l'acide sulfurique avait une nature tout à fait différente. Le gypse qui forme une couche blanche à la surface qui agit comme une couche protectrice. La longueur des cristaux du gypse était moins importante et leurs orientations donnent aux bétons une protection contre la pénétration des agents agressifs.

Inversement à ce qui se passe dans le cas de l'acide sulfurique, les échantillons exposés au sulfate d'ammonium ont éprouvé une détérioration significative avec formation de fissures.



FigureI.5: Forme des cristaux du gypse dans le cas d'attaque par le sulfate d'ammonium [5]

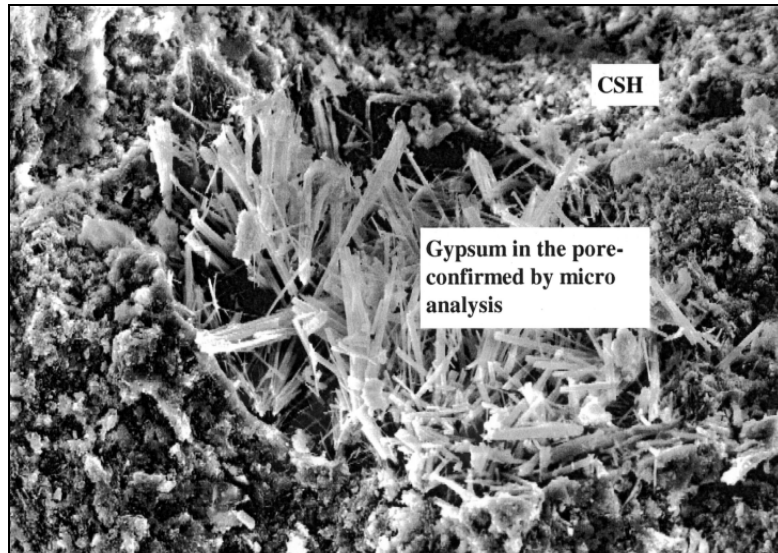


Figure I.6: Forme des cristaux du gypse dans le cas d'attaque par l'acide sulfurique [5]

L'analyse aux rayons X, des mortiers exposés aux solutions de sulfates, montre en plus des phases présentes pour les mortiers témoins telles que : le quartz (SiO_2), la calcite (CaCO_3) et la portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), il y a l'apparition d'autres phases

Importantes cristallisées sur la couche de surface à savoir :

- L'ettringite secondaire $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{CaSO}_4, 32\text{H}_2\text{O}$.
- Le gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Ces deux nouveaux composés cristallisés, sont les résultats de la réaction des constituants de ciments avec les sulfates. [5]

I.4.5 Attaque interne par les sulfates :

Une autre forme d'attaque par les sulfates se manifeste lorsque la source des sulfates se trouve dans le béton lui-même. Une quantité limitée de sulfates est toujours présente dans le béton car les sulfates font partie du ciment Portland. D'abord, ils sont présents dans le clinker et par la suite une quantité de sulfates de calcium est ajoutée au clinker lors de son broyage afin de régulariser la prise du C_3A . [1]

Les sulfates de calcium ajoutés au clinker lors de son broyage réagissent avec le C_3A et l'eau pour former de l'ettringite dite ettringite primaire, qui assure donc la maniabilité du béton nécessaire à sa mise en place.

Pour accélérer la progression des travaux ou la production dans la préfabrication, un durcissement et une croissance des résistances mécaniques rapides sont souhaitées. La chaleur, que ce soit celle de l'hydratation elle-même ou d'une cure thermique, est un accélérateur puissant. Cependant, lorsque la température du béton dépasse un certain seuil, l'ettringite devienne instable. Il est généralement admis que le seuil critique de l'instabilité de l'ettringite produite lors de l'hydratation des ciments commercialisés se situe autour de 60°C . Au-delà de ce seuil, l'ettringite déjà formée se décompose tandis que la formation de nouvelle ettringite est empêchée. Les ions SO_4^{2-} sont principalement absorbés sur les C-S-H dont la formation est également accélérée. Par la suite, lorsque la température du béton diminue au-dessous du seuil d'instabilité de l'ettringite, les ions SO_4^{2-} peuvent être relâchés par les C-S-H et former de l'ettringite. Mais dans ce cas, bien que la formation de l'ettringite ait lieu pour la première fois puisqu'elle a été empêchée pendant les premières heures, l'ettringite se forme

dans le milieu confiné de la matrice cimentaire durcie. Les ions SO_4^{2-} absorbés sur les C-S-H ainsi que ceux des monosulfates présents dans le béton servent de source de sulfates pour la formation de l'ettringite. Ce processus nécessite la présence d'une humidité élevée et peut durer très longtemps. Il est connu sous le nom de formation différée de l'ettringite. [6]

L'expansion conséquente se produit lorsque l'espace pour la formation différée de l'ettringite est restreint. Cette expansion peut, dans certains cas, être contrôlée s'il y a suffisamment d'espace vacant dans la matrice sous forme de porosité élevée ou de bulles d'air entraîné qui peuvent être obtenus en augmentant le rapport E/C (augmentation de la porosité capillaire).

La formation différée de l'ettringite n'est pas réservée exclusivement aux bétons traités thermiquement, durant les premières heures, à une température élevée pour accélérer la prise et le durcissement. La formation différée de l'ettringite peut également apparaître dans les bétons subissant une température élevée causée par le dégagement de chaleur lors de l'hydratation du ciment, durant les premières heures ou les quelques premiers jours suivant leur confection. Divet [6] a démontré qu'une prolongation de la période durant laquelle la température du béton est élevée favorise la formation différée de l'ettringite.

Une analyse de la microstructure du béton effectuée après 400 jours, a clairement démontré l'existence d'ettringite dense et mal cristallisée dans les interfaces entre les granulats et la pâte. Cette expérience prouve que la température élevée du béton développée par l'hydratation du ciment peut causer la formation différée de l'ettringite et l'expansion conséquente.

Le processus de la formation différée de l'ettringite est nettement différent de l'attaque externe par les sulfates où la source des sulfates est un milieu externe agressif, sulfaté et humide. Dans ce cas, les ions SO_4^{2-} de l'extérieur peuvent pénétrer dans le béton, perturber son équilibre ionique et causer la reformation de l'ettringite que l'on appelle ettringite secondaire ou encore la formation de gypse. Les cations provenant des mêmes sels sulfatés peuvent attaquer les C-S-H ou les granulats. L'attaque peut également être combinée avec l'action de l'acide qui dissout la portlandite, augmente la perméabilité et accélère ainsi la dégradation du béton.

À l'intérieur du béton, on peut distinguer les couches dans lesquelles la formation du gypse ou de l'ettringite secondaire est favorisée.

Dans le cas de la formation différée de l'ettringite cependant, les sulfates proviennent d'une source interne au béton et sont uniformément répartis dans la matrice : soit absorbés sur les C-S-H, dissous dans la solution interstitielle ou se trouvant dans la structure du monosulfoaluminate. Le gypse ne se forme pas et les C-S-H ne sont endommagés que par la fissuration. L'ettringite se forme presque uniformément dans la matrice, car l'humidité, qui est la seule composante manquante pour la formation différée de l'ettringite, se rend facilement dans les couches profondes du béton. Les méthodes de contrôle de la formation différée de l'ettringite sont simples et sûres : la décomposition de l'ettringite primaire lors de la fabrication du béton doit être évitée. [6]

I.4.6 Facteur contrôlant la tenue des bétons en milieu sulfatique:

Des dégradations ne se manifestent dans un béton exposé aux solutions de sulfates, que si les sulfates peuvent accéder par diffusion jusqu'aux aluminates de calcium de la pâte de ciment hydraté. Là encore, et comme pour la majorité des environnements agressifs, la

perméabilité du béton demeure le facteur essentiel. L'utilisation d'un ciment avec un faible teneur en C₃A est une précaution.

- La résistance aux sulfates augmente avec la teneur en ciment, c'est-à-dire avec la compacité. Les bétons avec un dosage en ciment plus élevé sont généralement plus compacts et ont une perméabilité plus faible qui ralentie la pénétration des sulfates et de l'ion qui leur est associé.
- La vitesse de dégradation est aussi proportionnelle à la quantité de C₃A du ciment jusqu' des teneurs de 10% environ.

La figure I.7 suivante montre l'influence du teneur en C₃A et du dosage en ciment sur la vitesse de dégradation du béton sous l'effet des sulfates.

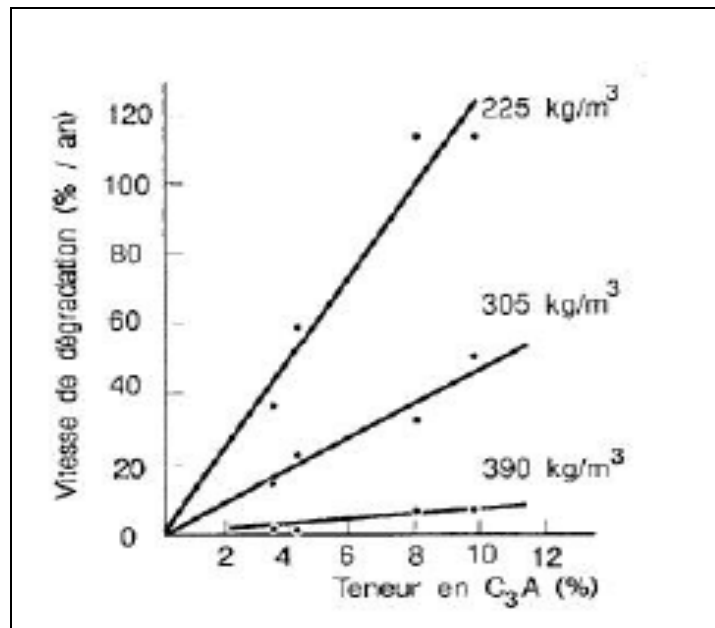


Figure I.7: Influence du dosage en ciment et de la teneur en C₃A sur la vitesse de dégradation du béton (16 ans dans Na₂SO₄ à 10%). [6]

Les ajouts de laitiers, de cendres volantes, de pozzolanes naturel et de fumées de silice améliorent la résistance du béton aux sulfates.

Les ciments avec ajout de laitiers ont généralement une bonne tenue vis-à-vis les eaux sulfatées. Cela est dû :

- à la réduction de la teneur en chaux et C₃A du mélange.
- à l'accroissement de la compacité des hydrates.
- aux mode de cristallisation de l'ettringite, formé par précipitation.

La figure I.8 et I.9 montrent l'efficacité du laitier à réduire les expansions dues aux sulfates.

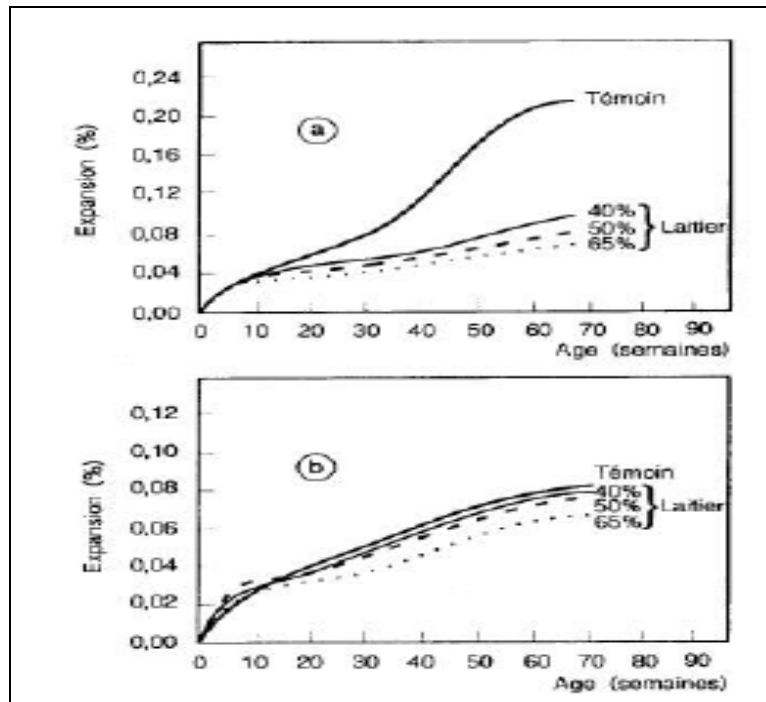


Figure I.8: Résistance aux sulfates d'échantillons de mortier avec ajouts de laitier. [6]
 a: Ciment type II 6,4% de C3A b: Ciment type V 3,7% de C3A

- Les ciments avec des teneurs en laitiers supérieures ou égale à 60% (CHF, CLK) sont considérés comme résistants aux sulfates
- Les ciments avec plus de 20% à 30% de cendres volantes ont une meilleure résistance aux sulfates. L'effet des cendres est variable en fonction de leur composition chimique. Les cendres ayant un contenu en chaux > 20% ne devraient pas être utilisées.
- Les fumées de silice offrent également une bonne protection du béton contre l'action des sulfates, du fait de leur forte consommation en portlandite et de sa structure compacte des C-S-H.

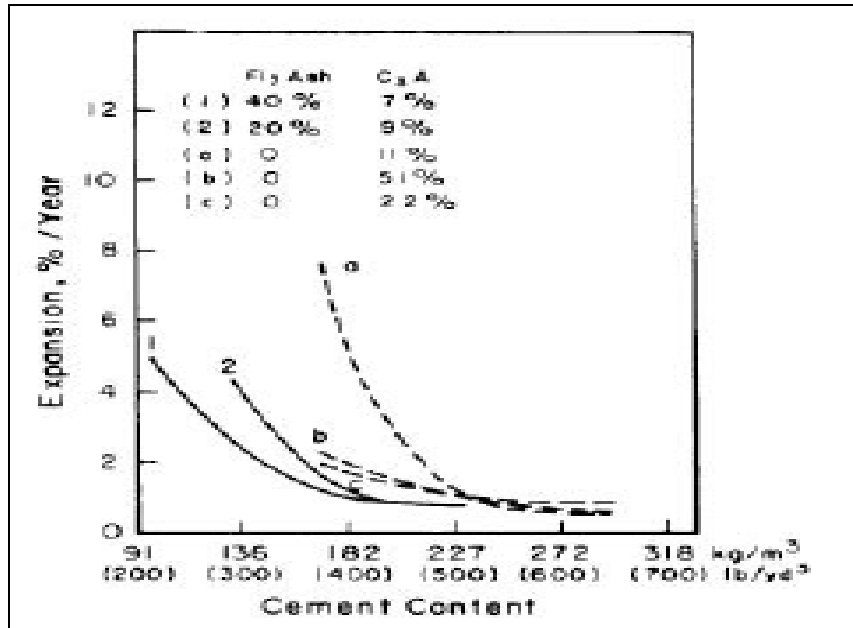


Figure I.9 : Résistance aux sulfates d'échantillons de mortier avec ajouts de laitier. [6]

Les études effectuées par Paillère montrent que l'on doit non seulement tenir compte de la teneur en C₃A, mais surtout du rapport C₃A/SO₃. La Figure I.10 indique que la limitation du rapport C₃A/SO₃ à des valeurs inférieures à 3 est un gage de bonne tenue du béton.

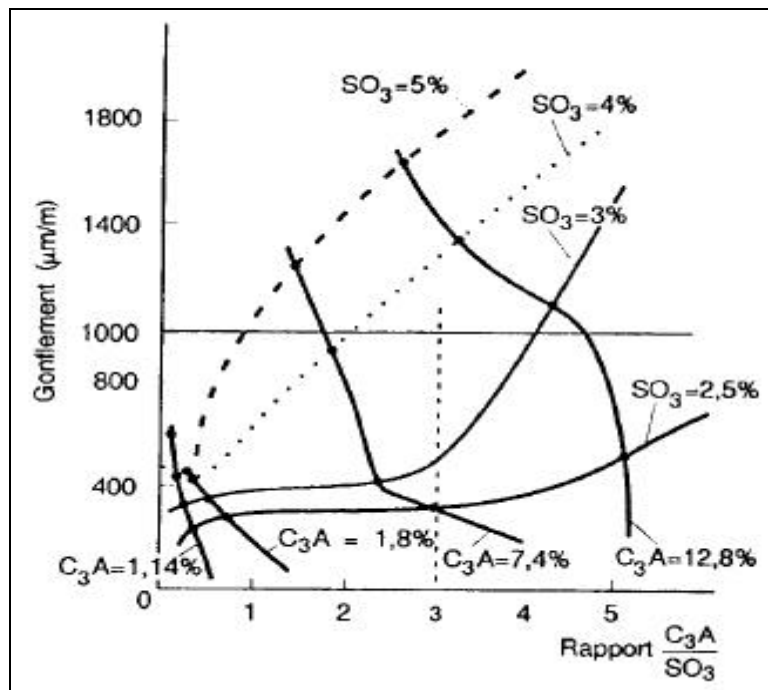


Figure I.10 : Relation entre les teneurs en C₃A et SO₃ du ciment et le gonflement de mortiers conservés en eau de mer pendant un an.

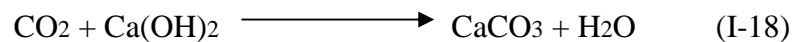
I.5 – LA CARBONATATION DU BETON:

La corrosion des armatures à lieu à la suite de la carbonatation du béton d'enrobage et / ou de la pénétration des chlorures jusqu'au niveau des armatures.

Pour éviter la carbonatation du béton, il faut autant que possible utiliser des bétons compacts et peu perméables.

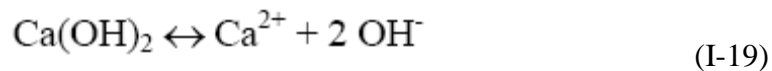
I.5.1 Définition : [1]

La carbonatation est un phénomène naturel de dissolution du dioxyde de carbone de l'air dans la solution interstitielle des bétons suivi d'une réaction acide - base avec les composés basiques, tels que la portlandite, pour former des carbonates de calcium. Il en résulte une diminution du pH et une corrosion des armatures. La carbonatation est une source de dégradation des ouvrages en béton armé et nuit à leur durabilité.



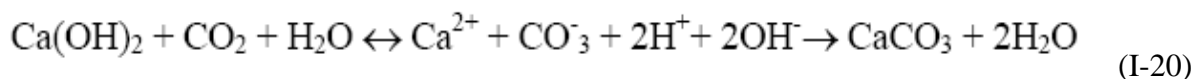
I.5.2 Présentation du phénomène de la carbonatation :

Les armatures du béton armé sont passivées, c'est-à-dire recouvertes d'une couche protectrice d'oxydes, dans un milieu basique de pH environ égal à 13 comme dans la solution interstitielle du béton. La portlandite constitue une réserve importante d'ions OH^- :



L'air contient du dioxyde de carbone à un taux moyen de 0.03 % en volume. Cette teneur en dioxyde dépend de la pression et de la température ; elle est plus importante dans les agglomérations urbaines qu'en milieu rural.

Le dioxyde de carbone se dissout dans l'eau et forme l'acide H_2CO_3 . Ce dernier réagit avec la portlandite pour former des carbonates de calcium qui précipitent :



Tant que de la portlandite peut se dissocier et apporter des ions OH^- un fort pH est maintenu. Mais quand la majeure partie de la portlandite est consommée, le pH de la solution interstitielle diminue fortement, les armatures sont alors dépassivées. Le front (ou la profondeur) de carbonatation est théoriquement définie comme étant la limite entre la zone carbonatée où le pH n'est plus assez élevé pour protéger les armatures et la zone non carbonatée (ou très faiblement) où le pH est encore égal à 13.

Pour suivre l'évolution du phénomène, il est essentiel de pouvoir déterminer la profondeur de carbonatation. La méthode consiste à rompre un échantillon de béton et à répandre sur la face de rupture une solution alcoolique de phénophtaléine qui sert d'indicateur coloré.

Pour un PH de l'ordre de 9, on observe le virage de l'indicateur : la partie superficielle carbonatée reste incolore, alors que la partie interne non transformée prend une coloration rose. [1]

Cependant, la méthode à la phénophtaléine ne donne qu'une vue incomplète de la zone carbonatée qui s'étend au-delà du front de neutralisation décelé par le virage.

Pour un échantillon de béton avec $E/C=0.7$, le PH évolue progressivement sur une épaisseur de 20 mm comme l'indique la figure I.11 suivante.

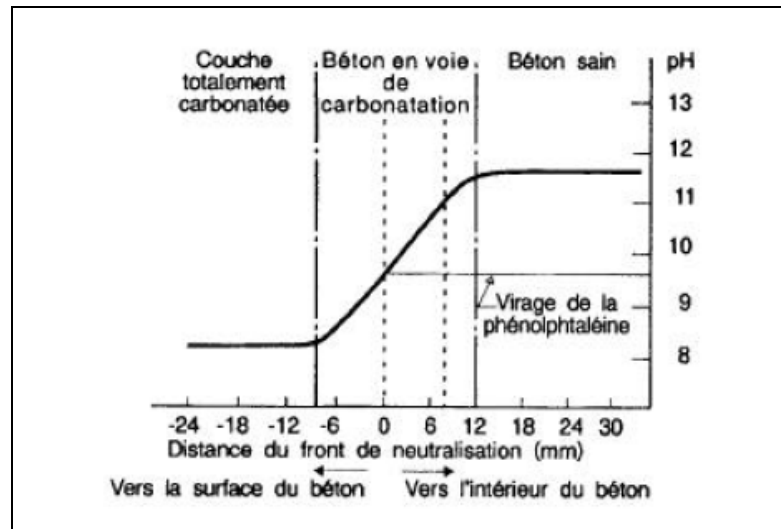


Figure I.11 : Gradient de pH en fonction de la profondeur carbonatée. [1]

Par ailleurs, la profondeur du front de neutralisation n'est pas régulière, les valeurs les plus grandes sont à considérer en priorité car elles témoignent d'un béton perméable avec risques précoces de corrosion des armatures.

I.5.3 Allure du phénomène de la carbonatation :

La cinétique du processus dépend de la facilité avec laquelle le dioxyde de carbone pénètre à l'intérieur des pores du béton. L'humidité relative joue un rôle primordial, en effet, le coefficient de diffusion de carbone dans l'air est dix mille fois plus élevé que dans l'eau. En d'autre terme, lorsque les pores du béton sont saturés d'eau, la pénétration est extrêmement faible et la carbonatation pratiquement inexistant.

La carbonatation n'affecte un béton que si les molécules d'eau tapissent les surfaces des pores de la zone carbonatée sans les obstruer suivant comme l'indique le schéma de la figure I.12 suivante [1].

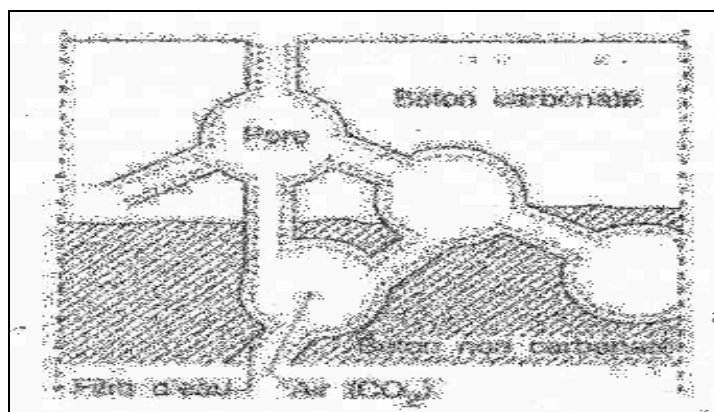


Figure I.12 : béton carbonaté dans un état d'humidité courant [1].

La figure I.13 traduit la relation entre l'humidité relative et la profondeur de carbonatation pour un béton confectionné avec E/C = 0.6 et conservé 16 ans à 20 °C

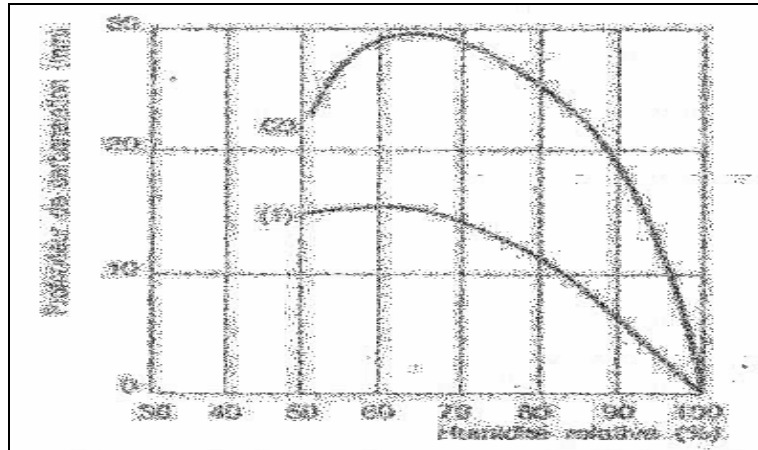


Figure I.13 : Influence de l'humidité relative sur la profondeur de carbonatation [1].

La profondeur de carbonatation passe par maximum pour une humidité relative comprise entre 40 et 80 % et diminue à partir de 80 % pour quasiment s'annuler à la saturation pour un béton confectionné avec des rapports E/C de 0.6 (courbe 1) et 0.8 (courbe 2) . [17].

Pour décrire la vitesse de carbonatation en fonction du temps, de nombreuses équations ont été proposées et il a été admis que l'épaisseur de la couche carbonatée augmente proportionnellement à la racine carré du temps

$$x = A \sqrt{t}$$

I.5.4 Facteurs influents la carbonatation du béton:

La figure I.14 représente l'allure du profondeur de carbonatation en fonction du temps pour des prismes de béton confectionnés avec un rapport E/C =0.8 (courbe 1), E/C =0.6 (courbe 2), E/C =0.45 (courbe 3), conservés à 20 °C et 50 % en atmosphère contrôlée : l'épaisseur carbonatée croît linéairement en fonction de la racine carré du temps traduisant le processus de diffusion.

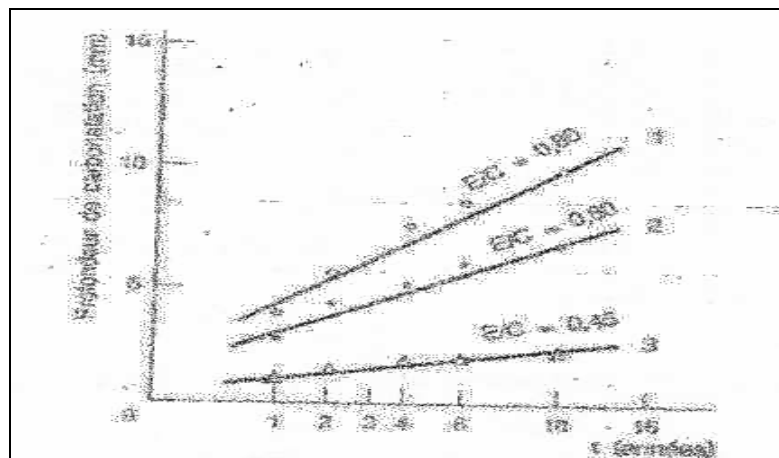


Figure I.14 : Loi de croissance linéaire de l'épaisseur carbonatée en fonction de \sqrt{t} [1].

I.5.4.1 Dosage en ciment :

La figure I.15 représente l'allure de la profondeur de carbonatation en fonction du dosage en ciment des prismes de béton préparée avec du ciment CPA, de même maniabilité et conservé à 20 °C et 50 % HR pendant 5 ans. Les courbes de 1 à 5 correspondent à des dosages en ciment respectives 200, 300, 350, 400 et 500.

On remarque que pour un béton fabriqué à même maniabilité, l'épaisseur carbonatée est d'autant plus faible que le dosage en ciment est plus élevé.

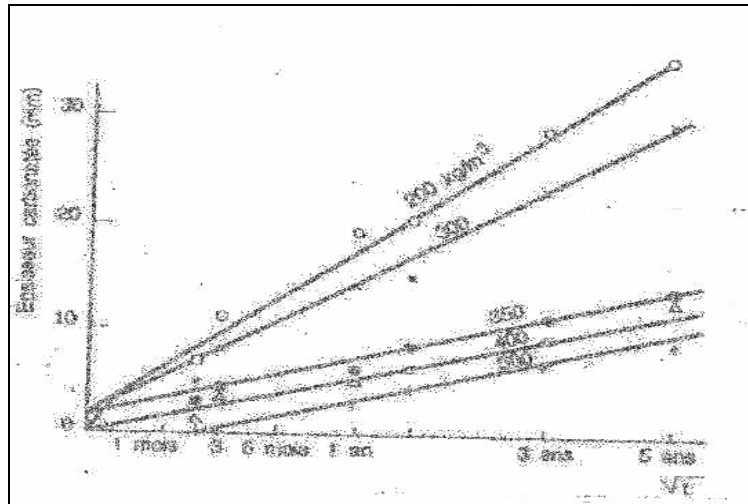


Figure I.15 : Relation entre l'épaisseur carbonatée et le dosage en ciment [1]

I.5.4.2 Rapport E/C :

La profondeur de carbonatation croit de façon sensiblement linéaire avec le rapport E/C. elle fait plus que doubler lorsque le rapport E/C passe de 0.6 à 1.0 (figure I.16).

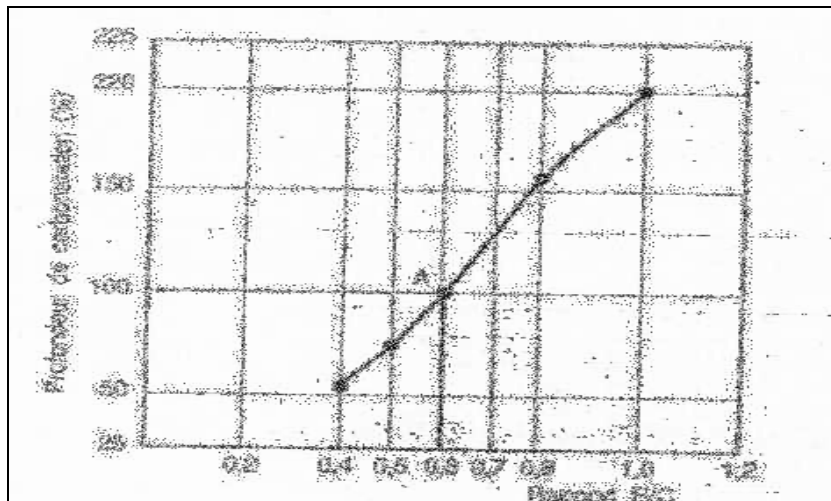


Figure I.16 : Evolution de la carbonatation en fonction du rapport E/C [1]

I.5.4.3 la cure :

La profondeur de carbonatation est liée directement à la porosité de la couche superficielle de béton. La structure de cette couche dépend directement des conditions de conservation puisque le ciment cesse pratiquement de s'hydrater si l'humidité relative interne descend au-dessous de 80%.

La réduction du temps de cure accroît la profondeur de carbonatation. Cette profondeur est réduite lorsque le béton jeune est conservé suffisamment longtemps dans l'eau avant d'être exposé à l'air. L'effet d'une cure à l'eau est particulièrement sensible pour les premiers jours de conservation. [1]

I.5.4.4 Additions minérales et carbonatation :

Pour un béton comportant du laitier, la carbonatation s'accroît avec le pourcentage de laitier ajouté, elle est une fois et demie plus élevée pour un béton comportant 50 % de laitier par rapport à un béton de ciment portland.

Pour les cendres volantes, l'élévation de la carbonatation n'est remarquée que si le pourcentage de cendre dépasse 30 %.

Les fumées de silices permettent de confectionner des bétons de hautes performances. Or l'ajout de fumées de silice consomme la portlandite et ceci peut donc modifier la vitesse de carbonatation. La présence de fumées de silice ne donne lieu à une carbonatation importante que pour des bétons dont la résistance est moyenne ou médiocre. [1]

I.6 Conclusions :

L'agression chimique ne conduit pas nécessairement à la destruction des bétons : à l'interface milieu extérieur-béton, la pâte de ciment peut former un mécanisme de défense qui est capable de cicatrifier les microfissures. Ce mécanisme est construit d'une barrière diffusionnelle en utilisant l'élément agresseur lui-même pour construire les couches protectrices.

Le béton est un matériau poreux. L'eau de l'extérieur peut pénétrer dans son réseau de pores et de capillaires et apporter avec elle des ions agressifs qui peuvent réagir avec les hydrates et changer leur structure. Lorsqu'il s'agit d'une attaque par les sulfates provenant de l'extérieur, il y a formation de couches de gypse et d'ettringite secondaire à partir de la surface exposée aux sulfates. L'attaque par les sulfates externes qui peuvent réagir avec les granulats ou avec les C-S-H ou la portlandite, et contribuer davantage à la dégradation du béton. De plus, l'attaque par les sulfates externes peut être combinée à une attaque par l'acide ce qui accélère également la destruction de la pâte hydratée.

L'ettringite secondaire, qui est le résultat d'une attaque par les sulfates externes, n'est pas seule à endommager le béton, c'est plutôt la formation du gypse qui contribue à la fissuration, la lixiviation et le délaminage des couches superficielles. Dans le cas d'une formation différée de l'ettringite, par contre, un gonflement quasi uniforme de la pâte hydratée causera la fissuration du béton. Les C-S-H ne sont endommagés que mécaniquement (par fissuration).

- les attaques sulfatiques sont accompagnées d'une précipitation de produits sulfatés secondaires, d'une expansion importante et de détérioration chimico - mécanique (modification des propriétés de transport et de la porosité, fissures, pertes de résistance...)

- La carbonatation est un phénomène naturel de dissolution du dioxyde de carbone de l'air dans la solution interstitielle des bétons suivi d'une réaction acide - base avec les composés basiques, tels que la portlandite, pour former des carbonates de calcium. Il en résulte une diminution du pH et une corrosion des armatures. La carbonatation est une source de dégradation des ouvrages en béton armé et nuit à leur durabilité.

- La vitesse de carbonatation est fonction de nombreux paramètres dont les plus importants sont la porosité et le taux d'humidité relative du milieu ambiant. Elle est maximale pour une humidité comprise entre 40% et 80% (60% semble la valeur la plus critique) .

- Dans les environnements secs, la quantité d'eau est insuffisante pour dissoudre de CO_2 .
- Dans les environnements très humides, le béton est saturé, ce qui ralentit considérablement la diffusion du CO_2 .

On peut ralentir la progression de la carbonatation en :

- Augmentant le dosage en ciment
- Diminuant le rapport E/C
- Augmentant le temps de cure
- Augmentant la résistance à la compression.

Chapitre II

Effet de la porosité, de la perméabilité

et de la température sur

la durabilité du béton

II.1 INTRODUCTION :

La durabilité d'un béton n'est pas une de ses caractéristiques, mais plutôt sa réponse aux charges en service et aux conditions environnementales. Ainsi, la durabilité d'un béton dépend d'une multitude de caractéristiques du matériau, mais aussi de l'agressivité de son environnement.

Le béton est un solide poreux, qui renferme dans ses pores une solution interstitielle enrichie en alcalis dont le pH varie de 12,5 à 13,5. Le système chimique du béton, avec son pH élevé, est presque toujours en déséquilibre avec son environnement, dont le pH est bien inférieur. L'eau de l'extérieur pénètre à travers le système des pores et des capillaires, même dans un béton non fissuré, entraînant une diminution de son pH. Cette eau de l'extérieur peut également apporter des ions sulfates.

Cependant, la durabilité du béton peut être affectée non seulement par son environnement, mais aussi par les caractéristiques du matériau telles que la perméabilité, la teneur en ciment, la nature des hydrates formés lors de l'hydratation du ciment.

A l'exception des sollicitation mécaniques, tous les effets néfastes associés à la durabilité font intervenir l'écoulement d'un fluide (liquide ou gaz) à travers le béton. Il est donc nécessaire de bien comprendre ce phénomène lorsque la durabilité est en cause.

La perméabilité du béton mesure la capacité de ce matériau poreux à être traversé par des fluides sous un gradient de pression. Le flux se produit dans un réseau poreux, comportant une porosité initiale (pas nécessairement connectée) ainsi que des fissures induites par les effets de chargements mécaniques, environnements et différés. Les fissures interconnectent généralement les chemins de percolation et diminuent la résistance du milieu au flux, provoquant ainsi une augmentation de la perméabilité. En conséquence, la perméabilité influe la durabilité des structures en béton indirectement en gouvernant la vitesse de pénétration d'agents agressifs.

La durabilité du béton dépend alors largement de la facilité avec laquelle les fluides, à la fois liquide et gaz, peuvent pénétrer et se déplacer à l'intérieur du béton : c'est ce que l'on appelle communément **la perméabilité du béton**. La perméabilité concerne l'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux. Cependant, le mouvement des différents fluides dans le béton ne se fait pas seulement par écoulement à travers le réseau poreux, mais aussi par des mécanismes de diffusion et d'absorption. Quoiqu'il en soit, nous utiliserons l'expression couramment acceptée de perméabilité pour décrire globalement tout mouvement des fluides dans et au travers du béton.

II.2 APPAREILLAGE D'ESSAIS DE PERMEABILITE DU BETON :

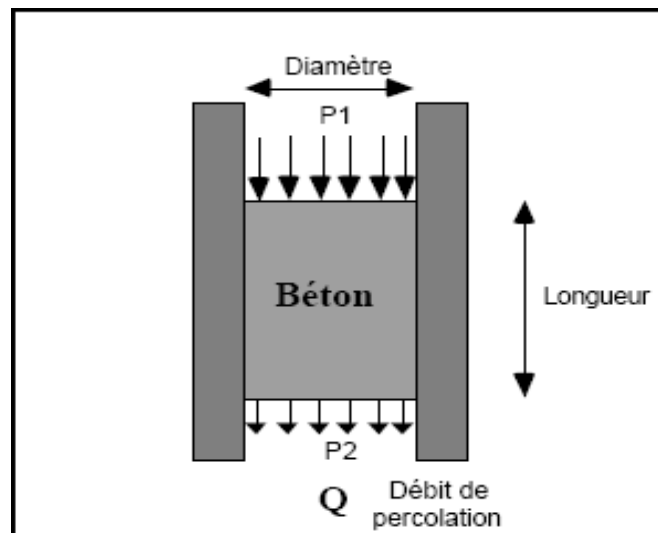
La perméabilité d'un matériau se définit comme son aptitude à se laisser traverser par un fluide (eau ou gaz par exemple) sous l'effet d'un gradient de pression [9].

Les essais de perméabilité n'ont généralement pas été normalisés, de sorte que les valeurs du coefficient de perméabilité citées dans les différentes publications ne peuvent pas être comparées. Dans ces essais, tels qu'ils sont utilisés, le débit de l'écoulement en régime permanent du à une différence de pression est mesuré et le coefficient de perméabilité K est calculé à partir de l'équation de Darcy. [10]

II.2.1 perméabilité à l'eau du béton :

Il n'existe pas de procédure standardisée pour mesurer la perméabilité à l'eau du béton. Chaque laboratoire possède sa propre procédure utilisant des appareils différents. Malgré tout, presque toutes les procédures sont basées sur le même principe qui consiste à appliquer une pression hydraulique à une extrémité d'un échantillon cylindrique et à mesurer le débit de percolation en régime permanent (FigureII. 1). [9]

À partir du débit de percolation et des dimensions de l'échantillon, on peut déterminer le coefficient de perméabilité (K) selon la loi de DARCY.



FigureII.1 : Principe de fonctionnement d'un appareil de mesure de la perméabilité à l'eau [9]

Le Bureau United states of Réclamation recommande une procédure qui utilise une pression d'eau de 2,76 Mpa, ce qui correspond à une colonne d'eau de 2,82 m. Il existe aussi des essais canadiens et un essai allemand. Dans ces essais, la pression sous laquelle l'eau est forcée de s'écouler à travers le béton est élevée, ce qui peut modifier l'état naturel du béton ; l'obstruction certains pores par colmatage est également possible. De plus, pendant l'essai, certains grains de ciment anhydres peuvent s'hydrater en sorte que le coefficient de perméabilité qui est alors calculé diminue avec le temps. [10]

II.2.1.1 appareil de mesure de la perméabilité à l'eau :

Selon Banthia et Mindess [11], la perméabilité à l'eau dépend souvent de l'expérimentation et les résultats obtenus sont parfois dispersés et difficiles à reproduire.

L'appareillage est une des causes de cet état de fait. Au Canada, aucune norme ni standardisation ne régit cet essai. La littérature propose cependant plusieurs types de perméamètres, tous valables selon les auteurs, mais possédant leur propre mode de fonctionnement et leurs propres limites.

Selon Jensen [11], il existe trois principaux modes permettant de mesurer la perméabilité des bétons :

- la mesure de l'écoulement à travers un béton saturé.
- la mesure de la pénétration d'eau dans le béton.
- l'étude de la chute d'une pression appliquée sur une éprouvette de béton.

II.2.1.1.1 Appareils mesurant l'écoulement à travers un béton : [11]

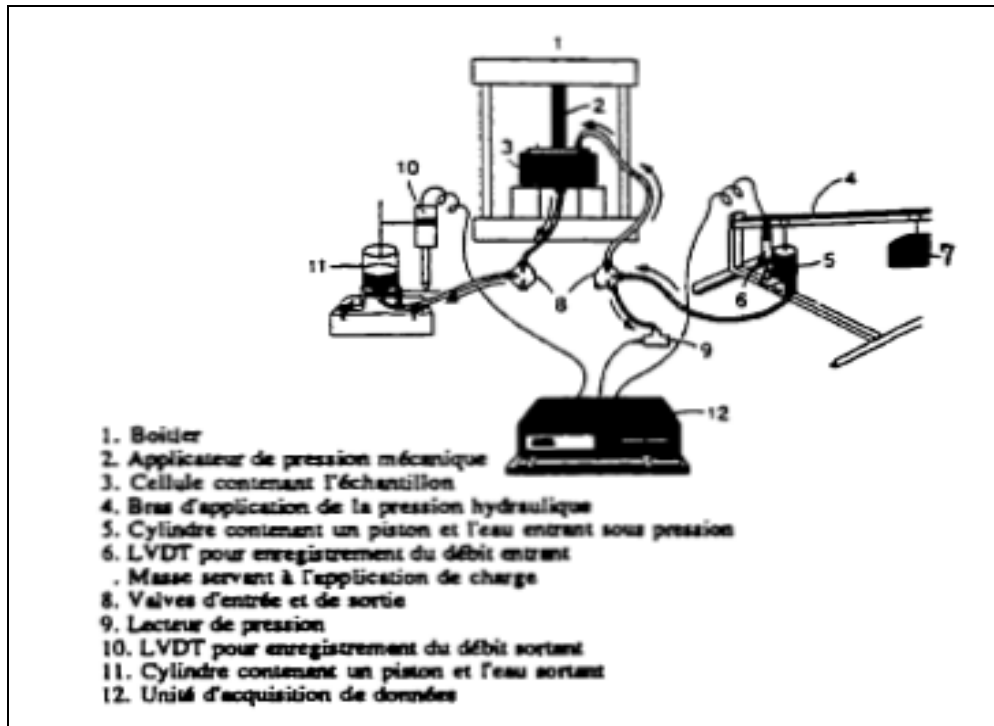


Figure II.2 : perméamètre à l'eau, tiré de Hean [1991]

L'appareil de la figure II.2 sert à enregistrer la quantité de fluide passée à travers l'éprouvette. La pression est appliquée par un poids (7), le réservoir d'eau (5) est relié un système d'acquisition (12) qui transmet les variations du niveau d'eau à l'entrée (6).

L'eau entre dans la cellule, s'écoule et le débit de sortie (11) est comptabilisé par l'acquisition (10). Le régime est supposé établi lorsque la quantité d'eau qui entre dans l'échantillon est égale à la quantité qui sort.

Avec cet appareil on réduit considérablement le temps de test (maximum 1 semaine). Si les éprouvettes sont bien saturées, on peut connaître à quel instant précis l'équilibre sera atteint (environ 2 jours). Un des désavantages de ce système semble être son coût un peu plus élevé que la majorité des installations, seulement il ne demande aucune prise de lecture, ni manipulation en cours de test et de plus celui-ci est très court.

Lawrence [11] a proposé pour la première fois un appareil muni d'unités de lecture à l'aval et à l'amont de la cellule. Cette installation est fort simple et s'avère selon l'auteur très efficace. Son fonctionnement est le même que le système de N. Hearn, sauf que les lectures doivent être prises par un opérateur, ce qui en réduit le coût.

D'autres chercheurs ont travaillé avec des systèmes de mesure de l'écoulement d'un seul côté de l'éprouvette dont Ludirdja et coll. [11], Banthia et Mindess [11], Perraton et coll. [11], Hope et coll. [11] et Barnforth [11]. La saturation est supposée être adéquate et les mesures sont prises lors de la stabilisation du débit, ce qui peut prendre jusqu'à deux semaines, tout dépendant des montages. Plus récemment, Meletiou et coll. [11] (figure II.3) ont développé un appareil de mesure de perméabilité à l'eau in situ. Le principe est simple et prometteur. Un trou est carotté dans la surface d'une structure bétonnée, on y introduit l'appareil, des éléments scellant limitent la surface de pénétration de l'eau et on débute la poussée d'eau sur une section radiale en notant la quantité d'eau qui entre. Selon les auteurs, le

système donne de bons résultats. La difficulté majeure rencontrée est la saturation de la surface du trou.

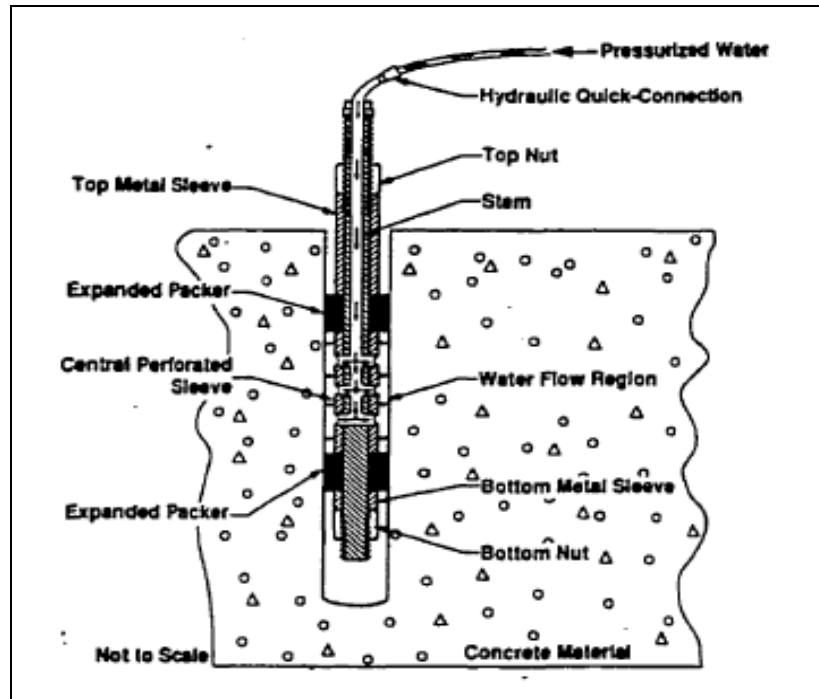


Figure II.3 : perméamètre à l'eau, tiré de meletieu et coll. [1992]

I.2.1.1.2 Mesure de la hauteur de pénétration de l'eau : [11]

Cette méthode est tributaire de la capacité d'absorption d'eau du matériau et ne nécessite aucun appareil sophistiqué. Souvent la différence de masse avant et après l'absorption donne un indice sur la porosité capillaire qui peut être convertie par la suite en coefficient de perméabilité. Cette technique, bien que très intéressantes demeurent des corrélations établies à partir résultats et ne sont pas des mesures directes de la perméabilité à l'eau des bétons.

Figg [1973] a proposé un appareil portatif servant à mesurer la perméabilité de la surface d'un béton. On note le temps requis pour que l'eau parcoure une hauteur de 50 mm dans le béton et on en tire directement le coefficient k . Les résultats de l'expérimentation semblent être significatifs, cependant l'étude porte seulement sur une mince couche de surface (< 10 mm) peu représentative du comportement qu'aurait une masse structurale.

I.2.1.1.3 Appareil basé sur une chute de pression : [11]

Inspirés d'un appareil servant à mesurer de faibles perméabilités sur des roches, Hooten et Wakeley [1989] via Roy et coll. [1992] (Figure II.4) ont développé un perméamètre pour matériaux cimentaires.

Cette méthode est basée sur le rétablissement de la pression et est donc à pression variable. L'éprouvette est située entre 2 réservoirs pressurisés. Elle est saturée et confinée sous une pression supérieure à P_U et à P_I . En début d'expérimentation, on augmente P_U ou P_I et on note les changements de pression en fonction du temps.

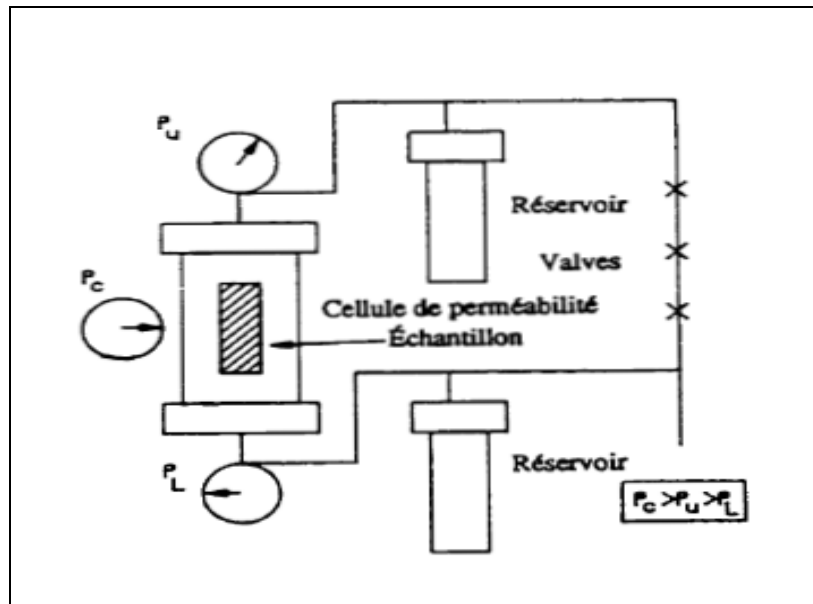


Figure II.4 : perméamètre à l'eau selon Hooten et Wakeley, tiré de Roy et Coll [1992]

Janssen [19881 propose (figure II.5) un perméamètre au fonctionnement semblable au précédent. L'eau désaérée est poussée dans la cellule à l'aide d'une pression qu'on peut évaluer grâce au manomètre à mercure. L'eau circulant dans l'éprouvette cause le rétablissement de pression de part et d'autre du manomètre et le test se déroule à pression non constante. On établit alors le coefficient de perméabilité avec l'équation suivante :

$$k = 3,33 \times 10^{-2} \frac{aL}{A(t_2 - t_1)} \log_{10} \frac{H_1}{H_2}$$

Ou :

- k : coefficient de perméabilité en cm/s,
- a : aire du tube du manomètre en cm²,
- A : aire de l'éprouvette en cm²,
- L : longueur de l'éprouvette en cm,
- t₁ : temps à la première lecture en sec,
- t₂ : temps à la seconde lecture en sec,
- H₁ : lecture au manomètre au temps t₁ en pouces de mercure,
- H₂ : lecture au manomètre au temps t₂ en pouces de mercure.

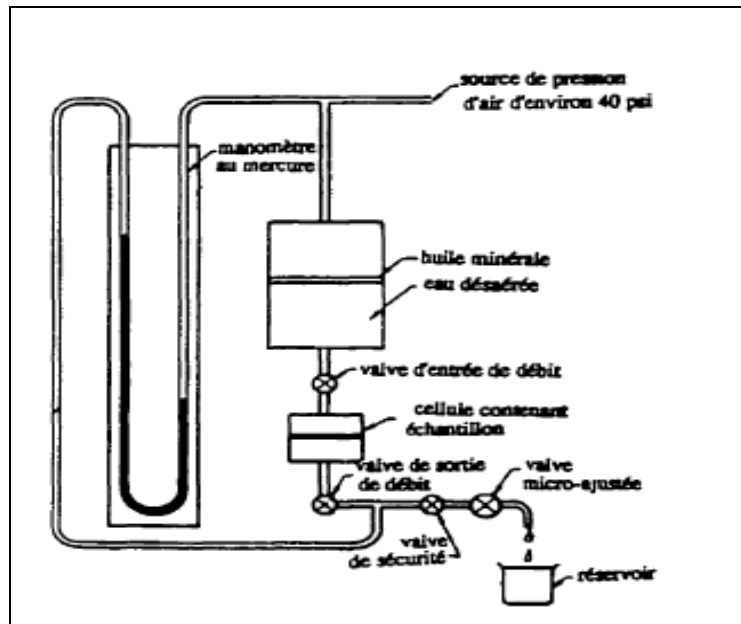


Figure II.5 : perméamètre à l'eau, tiré de Janssen [1988]

Outre sa simplicité, ce test comporte l'avantage d'éviter l'évaporation du fluide puisque la pression est appliquée par l'entremise de l'huile minérale. L'auteur mentionne cependant que bien que le test donne des résultats reproductibles et sensés, il n'est pas rapide et demande la main d'oeuvre de laboratoire.

I.2.1.1.4 Autres types d'appareil de mesure de perméabilité à l'eau du béton :

Le perméamètre utilisé à l'Université de Sherbrooke est dérivé d'un appareil similaire couramment utilisé en mécanique des roches. Ce type de perméamètre a l'avantage d'accommoder des éprouvettes de béton (carottes ou cylindres) de 150 de diamètre et 300 mm de hauteur (Figure II.6).

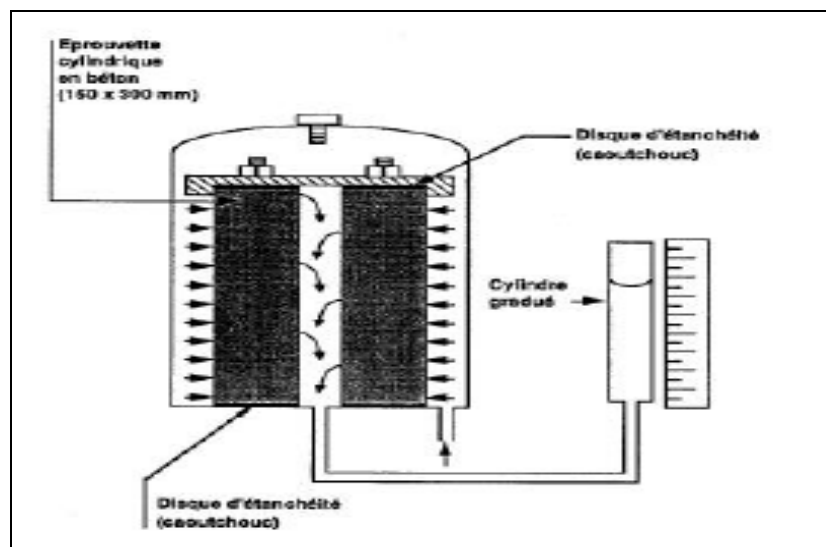


Figure II.6 : principe de fonctionnement de l'appareil de mesure de La perméabilité à l'eau utilisée à l'université de Sherbrooke [9]

Étant donné que cet appareil utilise des éprouvettes de béton de grande dimension, il permet d'avoir une mesure plus représentative de l'ensemble du béton, particulièrement si celui-ci a été fabriqué en utilisant des granulats relativement gros (diamètre maximal > 30 mm).

L'essai consiste à forcer un écoulement d'eau (radial) au travers de la structure d'une éprouvette de béton, et de mesurer, pour un gradient de pression donné, le débit d'eau percolé (voir le schéma de l'appareil).

À partir du débit mesuré et du gradient de pression appliqué, on peut ensuite évaluer le coefficient de perméabilité à l'eau (K_w), en appliquant la formule suivante (dérivée de la formule des puits): [9]

$$K_w = \frac{Q \ln \frac{D_2}{D_1}}{2 P L_{eff} \Delta P}$$

Ou :

- Q = débit d'eau percolé pour une différentielle de pression DP (cm³/s)
- D2 = diamètre extérieur de l'éprouvette (mm)
- D1 = diamètre intérieur du trou central (mm)
- L_{eff} = hauteur effective de l'écoulement (cm)
- K_w = coefficient de perméabilité à l'eau (cm/s)
- DP = différentiel de pression (cm d'eau)

I.2.1.1.5 Pérmeamètre utilisé par le laboratoire de l'université de M'sila :

Le perméamètre utilisé par le laboratoire de géomatériaux de l'Université de M'sila est schématisé à la figure II.7.

Les éprouvettes qui peuvent être utilisés sont des cylindres de diamètre 160 mm et de hauteur qui peut être varié. La technique expérimentale est basée sur l'écoulement de l'eau, c'est-à-dire l'eau traverse l'éprouvette en béton sous l'effet d'une pression appliquée.

Les composants de l'appareil sont :

- Une table qui contient trois emplacements pour les éprouvettes avec un système de fixation pour chacune et des joints en haut et en bas (Figure II.8) .
- Un régulateur de pression (Figure II.9).
- Trois cellules graduées de capacité 1000 ml pour la mise en place de l'eau.
- conduite d'eau et d'air en pression.
- compresseur à air de capacité de 10 bars.



Figure II.7 : principe de fonctionnement de l'appareil de mesure de La perméabilité à l'eau du laboratoire géomatériaux de M'sila [9]



Figure II.8 : principe de fixation des éprouvettes dans l'appareil de perméabilité



Figure II.9 régulateur de pression jusqu'à 16 bars

Le but de l'essai de perméabilité est de déterminer le temps d'écoulement d'un volume de l'eau délimitée par les graduations des cellules.

La vitesse de l'écoulement est déterminée par le calcul du rapport entre le volume d'eau écoulé et le temps d'écoulement et le coefficient de perméabilité est déterminé en utilisant la loi de DARCY :

$$Q = A \cdot K \cdot i$$

où :

- Q : le volume d'eau par unité de temps (Débit volumique m³/s)
- A : section traversée par l'eau = $\pi \cdot D \cdot H$ (D = 8 cm, H = 14 cm)
- K : coefficient de perméabilité
- i : gradient hydraulique à travers le spécimen (m/m)

Des études expérimentales sur la perméabilité du béton ont été effectuées depuis plusieurs années dans le laboratoire de géomatériaux de l'université de M'sila, parmi lesquelles on peut citer :

1/- Perméabilité, porosité et résistance mécanique d'un béton à base des matériaux locaux comme critère de durabilité [8], [19].

Les éprouvettes utilisées ont une forme cylindrique de 160 mm de diamètre et de 160 mm de hauteur, perforés axialement (Figure II.10). L'eau traverse l'éprouvette en béton à partir de l'ouverture effectuée à l'intérieur pour ressortir à l'extérieur sur les parois. La pression appliquée est de cinq (5) bars.

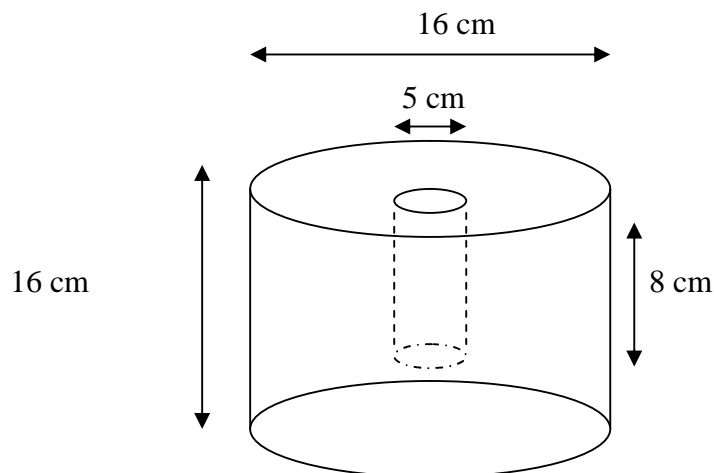


Figure II.10 forme de l'éprouvette
(Le trou ne traverse pas toute l'éprouvette)

L'objectif principal du travail était de parvenir à élaborer une corrélation entre le coefficient de perméabilité mesuré, le mode de conservation, le rapport E/C, le dosage en ciment, la porosité du matériau durci et la résistance à la compression.

Les résultats obtenus montrent que la perméabilité augmente proportionnellement avec le rapport E/C, elle est optimale lorsque ce rapport varie entre 0.4 et 0.5 pour un béton

conservé à l'eau. Au delà de cette dernière valeur le béton commence à perdre son imperméabilité progressivement.

La perméabilité diminue lorsque le dosage en ciment augmente. Un résultat optimum est obtenu pour un dosage supérieur à 275 kg/m³.

La perméabilité se réduit fortement lorsque le béton est conservé à l'eau pour un dosage en ciment égale à 350 kg/m³ relativement à un béton conservé dans un environnement local.

2/- Effet des milieux agressifs sur les caractéristiques de durabilité des bétons et des matrices cimentaires [18].

Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques (160x160) mm² (Figure II.11). la technique utilisée est basée sur l'écoulement d'eau, c'est-à-dire l'eau traverse l'éprouvette en béton sous l'effet d'une pression de 07 bars.

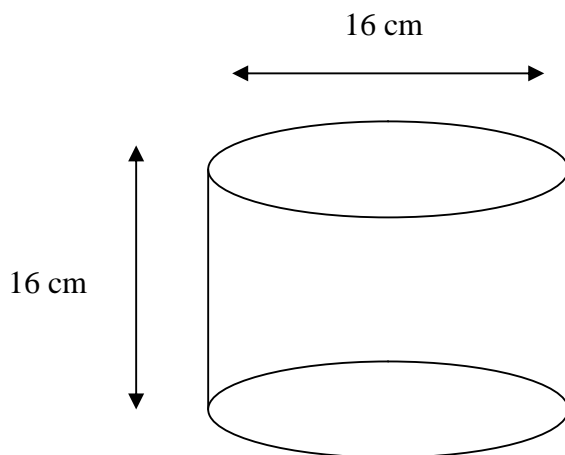


Figure II.11 forme de l'éprouvette

L'étude expérimentale qui a été faite consiste à étudier le comportement des éprouvettes en pâte de ciment, en mortier et en béton exposés à des différents traitements chimiques, à savoir, les nitrates d'ammonium, les sulfates de magnésium, les sulfates de sodium, les sulfates d'alumine, le chlorure de sodium et l'acide sulfurique pendant une durée de 06 mois.

L'étude a été réalisée en utilisant deux types de ciment et l'incorporation de deux adjuvants.

Les résultats obtenus concernant la perméabilité ont conduit à faire les conclusions suivantes :

- La perméabilité du béton diminue avec l'âge.
- Les valeurs les plus élevées de la perméabilité sont obtenues dans le cas du béton conservé dans l'acide sulfurique (H₂SO₄), les plus faibles dans le cas du béton conservé dans le chlorure de sodium (NaCl) jusqu'à six mois .
- L'ajout de la pouzzolane change la structure des pores conduisant ainsi à une réduction importante de la perméabilité par rapport à un béton sans ajout.
- L'utilisation d'un adjuvant réducteur d'eau améliore nettement la perméabilité.

3/- Evaluation des effets secondaires liés à l'incorporation des adjuvants sur les propriétés de durabilité du béton à base de matériaux locaux [17].

Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques (160x160) mm² (Figure II.11). La technique utilisée est basée sur l'écoulement d'eau, c'est-à-dire l'eau traverse l'éprouvette en béton sous l'effet d'une pression de 06 bars.

Cette étude avait pour objectif de proposer une procédure expérimentale permettant d'exploiter les propriétés de cinq types d'adjuvants fabriqués en Algérie vis-à-vis la durabilité du béton à base de matériaux locaux.

Les paramètres qui sont pris en compte sont :

- dosage et type d'adjuvant.
- Dosage en ciment (250, 300, 350) Kg/m³
- Condition de conservation (à l'air libre, à l'eau)
- Dosage en fumé de silice (5%, 10%, 15%) du poids de ciment.
- Milieu agressif (sel, acide)

Les résultats obtenus pour la perméabilité ont permis de conclure que :

- l'augmentation du pourcentage d'adjuvant réduit en premier lieu le rapport E/C et engendre ensuite une forte imperméabilité du béton.
- La perméabilité et la porosité diminuent lorsque le dosage en ciment augmente.
- L'influence de la conservation dans un milieu humide se traduit par une forte imperméabilité du béton.
- Un grand écart de résultat est trouvé entre une conservation à l'eau et à l'air.
- L'augmentation du dosage en fumée de silice réduit sensiblement la perméabilité et la porosité.

II.2.2 PERMÉABILITÉ AUX GAZ DU BÉTON (GAZ OU OXYGÈNE) :

Pour certaines applications, la perméabilité au gaz du béton peut être une propriété importante. Par exemple, elle constitue une propriété cruciale dans le cas des réservoirs de gaz naturel ou des enceintes de confinement des centrales nucléaires. On utilise aussi la perméabilité au gaz pour caractériser la perméabilité des matériaux réactifs avec l'eau (béton) ou très faiblement perméables (béton à hautes performances).

Si un gaz pénètre à une pression P₁ dans un échantillon de béton sec de longueur L, et s'échappe à une pression P₂ < P₁, alors le flux de gaz Q est régi par l'équation de DARCY en y ajoutant un terme qui tient compte de la compressibilité des gaz.

$$Q = -K \cdot \frac{A}{\mu} \cdot \frac{\Delta P}{L} \cdot \frac{(P_2 + P_1)}{2P_1}$$

Avec :

- Q = débit volumique du gaz de viscosité μ
- K = Perméabilité du milieu (s'exprime en m²)
- A = aire de la section d'écoulement
- DP = gradient de pression

L = longueur d'écoulement
P1 = pression à l'entrée
P2 = pression à la sortie

Il n'existe pas de méthode d'essai acceptée d'une façon générale pour la détermination de la perméabilité aux gaz du béton. [10]

1/ Il existe cependant une norme ASTM pour mesurer la perméabilité à l'air des roches (ASTM D 4525 - 85, Permeability of Rocks by Flowing Air – Figure II.12). Cette procédure est quelques fois utilisée pour mesurer la perméabilité à l'air du béton. [10]

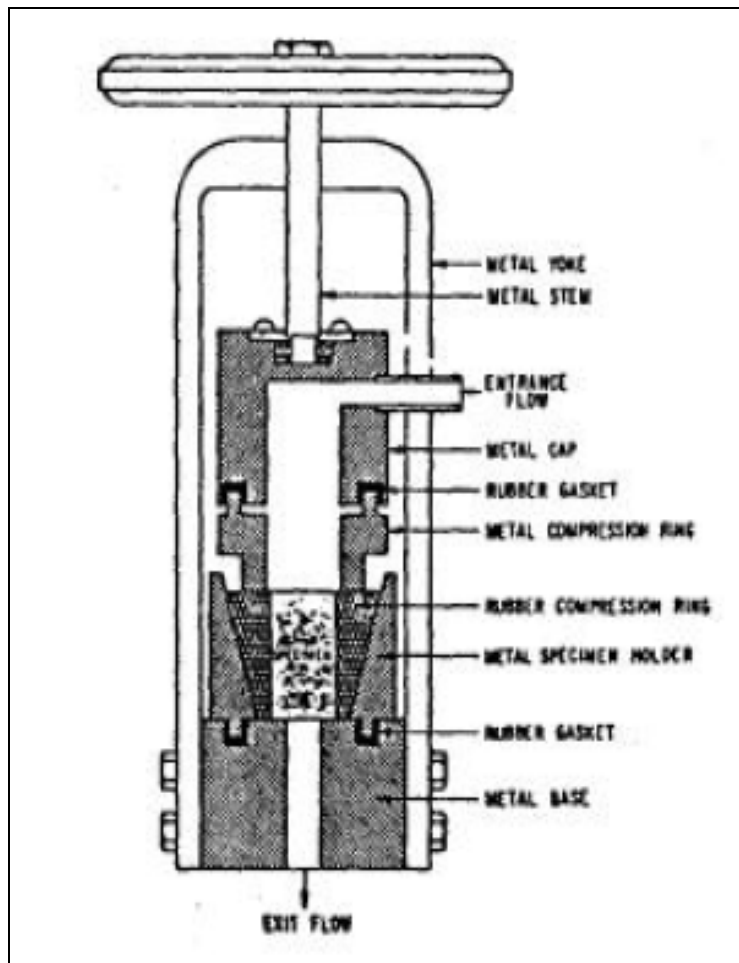


Figure II.12: principe de la mesure de la perméabilité à l'air des roches selon la norme ASTM D4525-85. [10]

2/ À L'Université de Sherbrooke, on utilise maintenant un perméamètre mis au point par Daniel Perraton. L'appareil permet d'effectuer une mesure sur des échantillons de 38 ou 95 mm de diamètre et de 50 mm de longueur (figure II.13).

L'appareil permet de mesurer très précisément le débit d'air sec passant au travers d'un échantillon soumis à une pression d'entrée P1 et une pression de sortie P2

L'influence des conditions de séchage de l'échantillon avant la mesure est très grande.

Le défi consiste à éviter de fissurer l'échantillon lors du séchage. Il faut éviter d'utiliser des conditions de séchage trop violentes (étuve à 100 C° par exemple).

À l'université de Sherbrooke on immerge des éprouvettes dans de l'isopropanol pendant 14 jours avant de les mettre sous vide à 60 °C jusqu'à masse constante.

Pour obtenir la perméabilité K on effectue une série de mesures de K_a à différentes pressions moyennes et on interpole la valeur K correspondant à une pression moyenne infinie (figure II.14). [10]

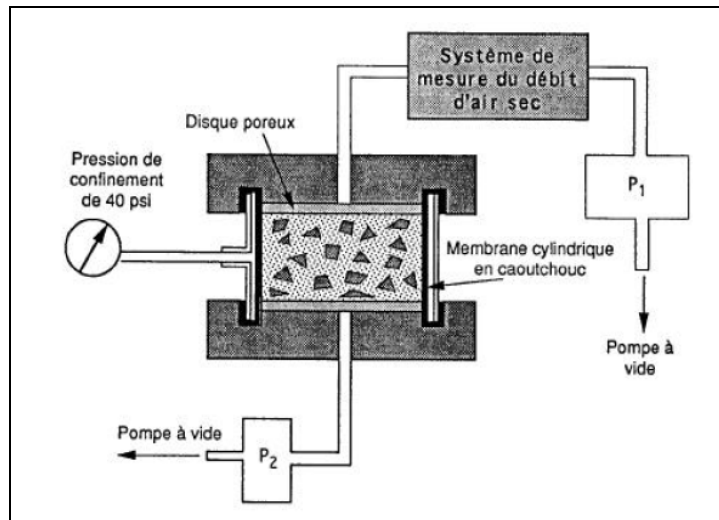


Figure II.13 : principe de fonctionnement du perméamètre à l'air utilisé à l'université De Sherbrooke [10]

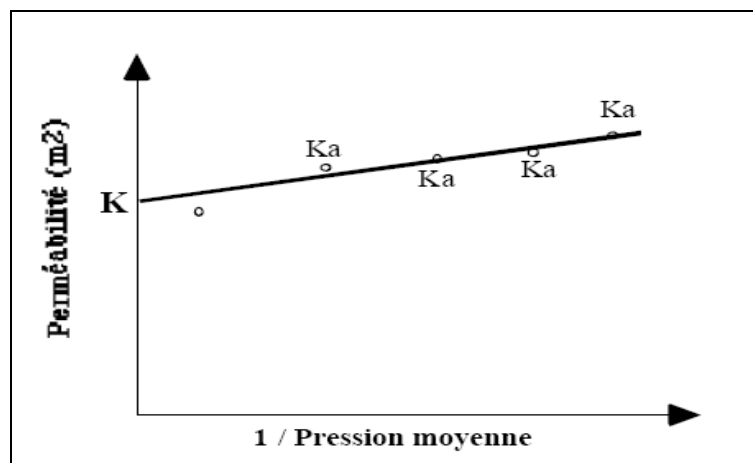
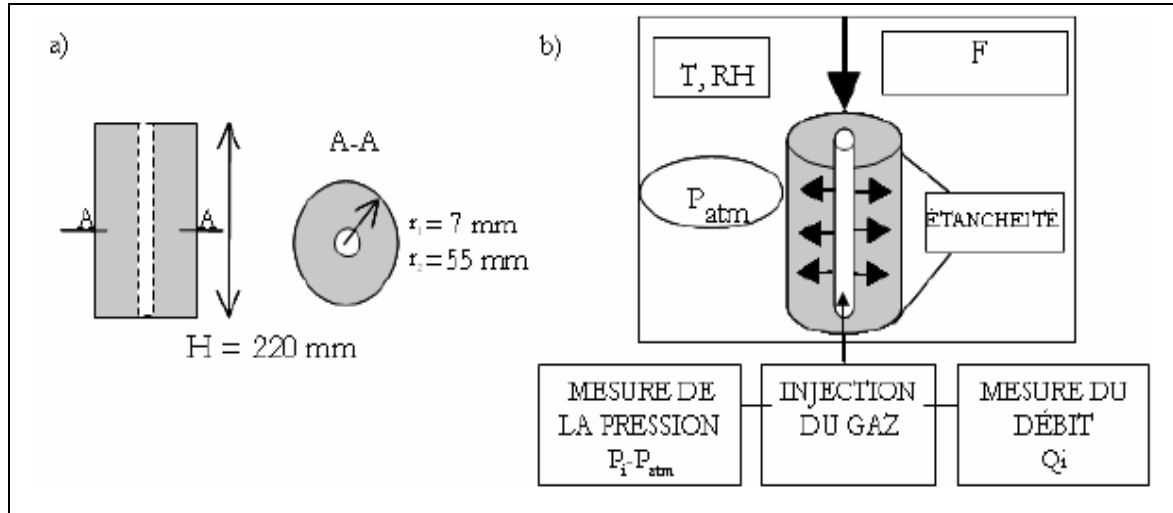


Figure II.14 : méthode de calcul pour déterminer la perméabilité K à partir des mesures de K_a [10]

3/ Un troisième principe qui est utilisé à l'université de Nantes (France)

Le gaz est injecté par la surface intérieure de l'éprouvette à l'aide d'un plateau métallique percé et adapté au diamètre de l'éprouvette cylindrique creuse utilisée. L'écoulement obtenu est radial.

La figure II 15 ci- dessous représente en (a) la géométrie de l'éprouvette, alors qu'un schéma de principe du perméamètre est représenté en (b).



(a) Géométrie de l'éprouvette

(b) Schéma du dispositif expérimental.

Figure II.15 : principe du perméamètre de Nantes (France) [10]

Le coefficient de perméabilité, appelé perméabilité dans la suite, est calculé à partir de la loi de Darcy adaptée pour un fluide visqueux compressible (gaz) en écoulement laminaire à travers un milieu poreux. La perméabilité k_a [m^2], se basant sur la mesure du débit d'injection, est calculée de la manière suivante :

$$k_a = \frac{Q_i \cdot P_i \cdot \mu \cdot \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)}{\pi \cdot H \cdot (P_i^2 - P_{atm}^2)}$$

Où Q_i [m^3/s] est le débit volumique de gaz à pression d'injection, P_i [Pa] est la pression absolue d'injection, μ est la viscosité dynamique de l'azote, P_{atm} [Pa] est la pression atmosphérique, et r_1 , r_2 , H [m] sont respectivement le rayon intérieur, le rayon extérieur et la hauteur de l'éprouvette cylindrique.

4/ Un autre dispositif qui est appelé perméamètre Cembureau (Figure II.16)

L'essai a pour objet de mesurer la perméabilité (en m^2) à l'azote, à l'oxygène ou à l'air (suivant l'alimentation en gaz choisie au niveau du dispositif expérimental). Le gaz le plus couramment utilisé pour la mesure est l'oxygène.

Il s'agit d'une méthode de laboratoire, applicable aux éprouvettes moulées et aux carottes issues d'ouvrages, dans les limites des tolérances dimensionnelles imposées par les cellules de mesure de l'appareil.

Il est possible avec cet appareil de mesurer des valeurs de perméabilité comprises entre $5 \cdot 10^{-19} m^2$ et $5 \cdot 10^{-15} m^2$. Cette méthode s'applique donc à la plupart des bétons ordinaires et à hautes performances.

L'appareil est équipé de deux cellules de $\varnothing 150 \times 50$ mm et de $\varnothing 110 \times 50$ mm

Les éprouvettes requises pour les mesures de perméabilité peuvent être obtenues par sciage dans des cylindres, par carottage dans des dalles ou par moulage. Le perméamètre doit être installé dans une salle climatisée ($T = 20 \pm 1^\circ C$ et $HR = 65 \pm 5 \%$), sans courant d'air au voisinage de l'appareil



Figure II.16 : Une vue d'ensemble du perméamètre Cembureau



Figure II.17 : Une éprouvette et une cellule

*** principe de l'essai :**

L'essai consiste à soumettre le corps d'épreuve à une pression constante de gaz

La perméabilité apparente K_a , en m^2 , est alors déterminée à partir de la mesure du flux de gaz Q (en $m^3 \cdot S^{-1}$), en régime permanent, avec l'hypothèse d'un flux laminaire, à une pression donnée, en utilisant la loi de Hagen Poiseuille :

$$k_a = \frac{Q_i \cdot P_i \cdot \mu \cdot \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)}{\pi \cdot H \cdot (P_i^2 - P_{atm}^2)}$$

II.3 CRITERE GENERAUX DES BETONS DURABLES :

Les critères généraux de durabilité qui interviennent dans les textes normatifs et réglementaire correspondant toujours à ce qui est appelé le paramètre de premier ordre de durabilité : la porosité. Mais, les chercheurs ont essayé de déterminer les critères généraux, pour évaluer la durabilité du béton. Ils ont conclu que plusieurs paramètres influent sur cette durabilité, Parmi ceux-ci, nous pouvons citer : [1]

- La porosité
- La résistance
- Le rapport E/C
- Dosage en ciment
- Dosage des granulats
- Dosage de l'eau de gâchage

II.3.1 La porosité :

La porosité est le paramètre de premier ordre qui caractérise la texture du béton, ce n'est évidemment pas le seul paramètre, mais, c'est celui qu'il faut fixer avant d'étudier tous les autres. Il conditionne presque toutes les propriétés du béton et, en premier lieu, sa résistance mécanique. [1]

La porosité volumique totale ϕ d'un matériau est définie par : [13]

$$\phi = \frac{V_p}{V_T} \times 100$$

Avec $V_t = VP + VS$

Où

VT : volume total d'un échantillon de matériau

VP : volume poreux de l'échantillon

VS : volume solide de l'échantillon

Cette porosité gouverne de nombreuses propriétés du béton : Presque toutes les caractéristiques mécaniques, les diffusions (ions, gaz) les perméabilités (eau) et par conséquent la durabilité.

Ainsi, plus la porosité diminue, plus la résistance à la compression augmente et plus la perméabilité diminue. [14].

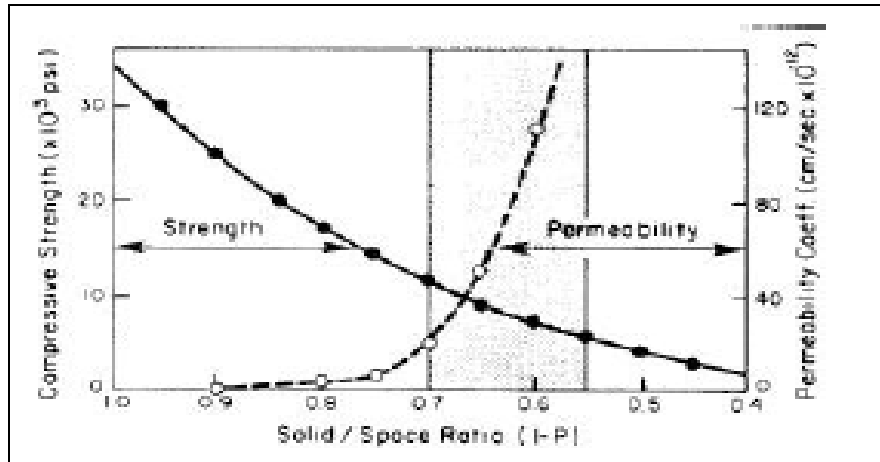


Figure II.18 : Relation entre la perméabilité, la résistance à la compression et le niveau de porosité du béton.

La porosité du béton est constituée de plusieurs familles de vides dont les dimensions sont comprises entre quelques mm et quelques dizaines d'amstrong (\AA).

Le rapport eau/ciment exerce une grande influence sur la porosité de la pâte de ciment hydraté car il gouverne directement l'espacement initial entre les grains de ciment en suspension dans l'eau de gâchage.

Sur la figure II.19, on voit clairement que plus le rapport E/C est faible, plus, initialement, les grains de ciment sont rapprochés les uns des autres. Les espaces à combler entre les grains de ciment sont moins grands et il a moins de chance d'avoir un grand vide ne pouvant pas être complètement rempli par les hydrates [14]

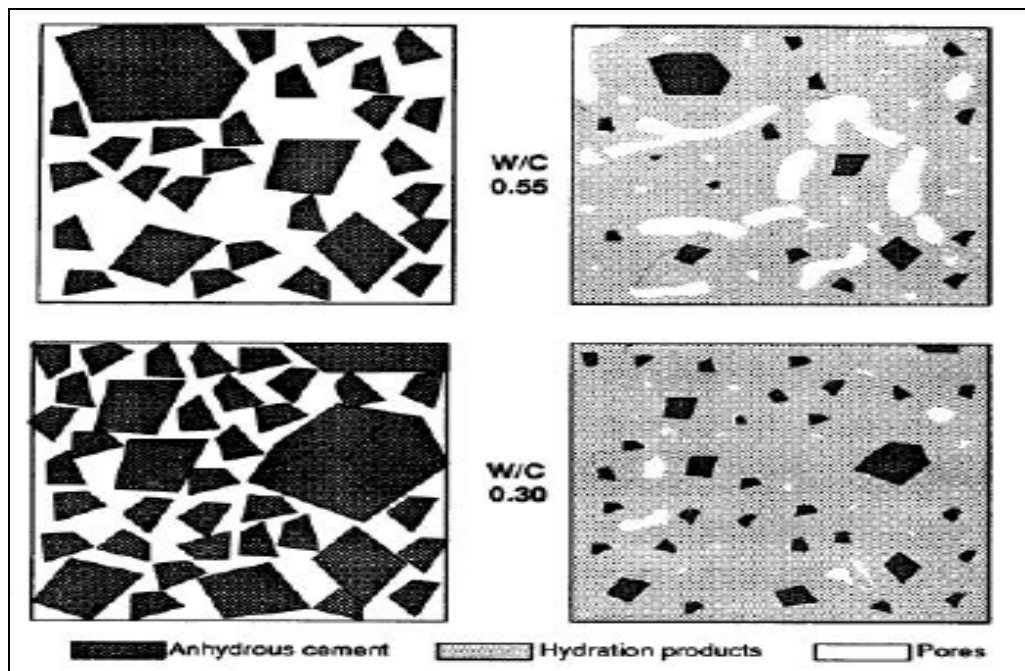


Figure II.19 : Représentation schématique de la pâte de ciment à l'état frais et à l'état durci.

Il est préférable aussi que le réseau de pores capillaires soit constitué de pores les plus petits possibles car le degré d'interconnections y est plus faible. La perméabilité de la pâte

s'en trouve alors considérablement diminuée car il y a très peu de chemins préférentiels pour le passage des liquides, des gaz ou des ions potentiellement agressifs (Figure II.20) [14]

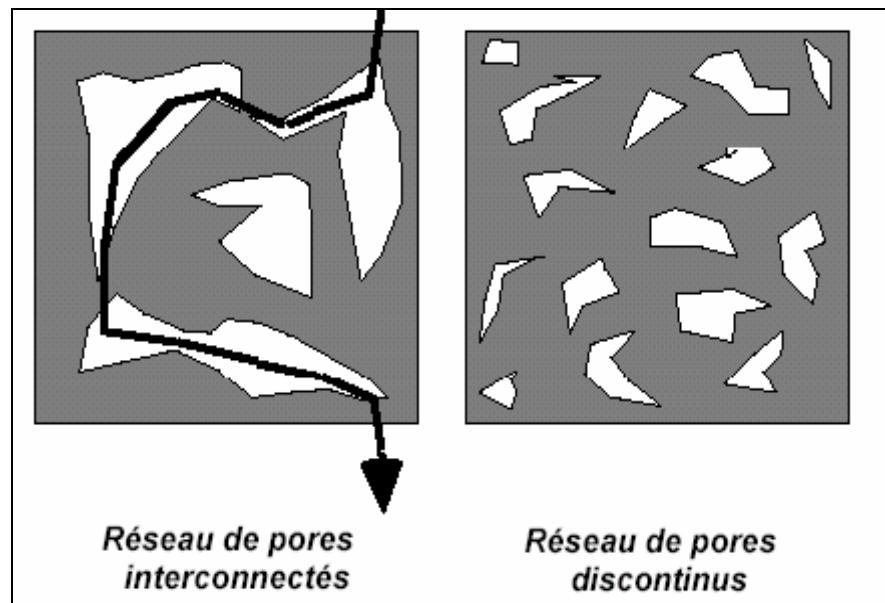


Figure II.20 : Influence du degré d'inter connectivité sur la perméabilité de la pâte

II.3.2 Propriété du transfert :

La durabilité est dans la plupart des cas liée à l'aptitude du matériau à résister à la pénétration d'agents agressifs. De plus, tout mécanisme de dégradation, même interne au béton, fait intervenir un processus de transport au moins d'eau, et éventuellement d'ions ou de gaz.

Les propriétés de transfert du béton (perméabilité et coefficient de diffusion) vont donc jouer un rôle clé dans l'évaluation et la prévision de la durabilité des ouvrages. Dans le cas de la corrosion des armatures, c'est le transport de l'eau, du dioxyde de carbone, de l'oxygène, et éventuellement des ions chlorure s'ils sont présents, qui est en jeu. [13]

Les deux mécanismes qui permettent de caractériser l'aptitude des bétons à résister à l'intrusion des agents agressifs : la perméabilité et la diffusion. Ces deux grandeurs correspondent à deux mécanismes bien distincts de transport de matière : la perméabilité décrit un écoulement qui se produit sous gradient de pression et la diffusion un transport à l'échelle moléculaire sous gradient de concentration. Contrairement à la perméabilité, la diffusion dans un matériau poreux ne dépend pas de la taille des pores ; elle ne dépend que de leur interconnexion. [1]

II.3.2.1 Les lois de la perméabilité et de la diffusion :

Les différentes natures de transfert de matière pouvant intervenir dans la dégradation des bétons peuvent être classés dans les deux catégories suivantes :

- Ecoulement de l'eau interstitielle du béton (en phase liquide) : [1]

Ce type de transfert intervient dans plusieurs situations. Un écoulement d'eau en phase liquide se produit dans le cas d'un béton durci s'il est soumis à un gradient de pression

hydraulique (cas par exemple d'un béton de barrage) ou il est exposé à l'état saturé, à une dessiccation (écoulement en état liquide est engendré par les tensions capillaires).

-Transport par diffusion dans le réseau poreux du béton : [1]

La diffusion désigne le processus de transport d'un constituant dans un milieu donné sous l'effet de son agitation aléatoire à l'échelle moléculaire. Les transports par diffusion peuvent intervenir sous deux formes : en phase liquide ou en phase gazeuse

Le premier mode concerne le transport d'espèces en solution dans la phase aqueuse interstitielle ; il s'agit par exemple de l'attaque par l'eau de mer ou par l'acide carbonique d'un sol riche en matière organique, ion chlore, CO₂, sulfate et O₂.

Les transports des gaz dans le béton ne se produisent généralement pas par écoulement (sous l'effet de différences de pression), mais plutôt par diffusion dans l'air contenu dans les pores ou fissures du matériau. La diffusion concerne aussi la pénétration de gaz agressifs pour le béton ou pour ses armatures tels que le dioxyde de carbone ou l'oxygène.

II.3.3 Transport par écoulement : PERMEABILITE

La perméabilité K caractérise son aptitude à se laisser traverser par un fluide soumis à un gradient de pression.

K est définie par la relation de DARCY qui exprime le débit volumique Q d'un fluide de viscosité μ qui traverse une épaisseur dz de matière de section apparente A sous la différence de pression dp : [6]

$$Q = -k \frac{A}{\mu} \frac{dP}{dZ}$$

Cette relation suppose un régime d'écoulement laminaire dans les pores du matériau

Avec :

Q = débit volumique du fluide (m³/s), de viscosité dynamique μ

K = perméabilité du milieu (m²).

A = aire apparente du matériau (m²).

(dP / Dz) = gradient de pression

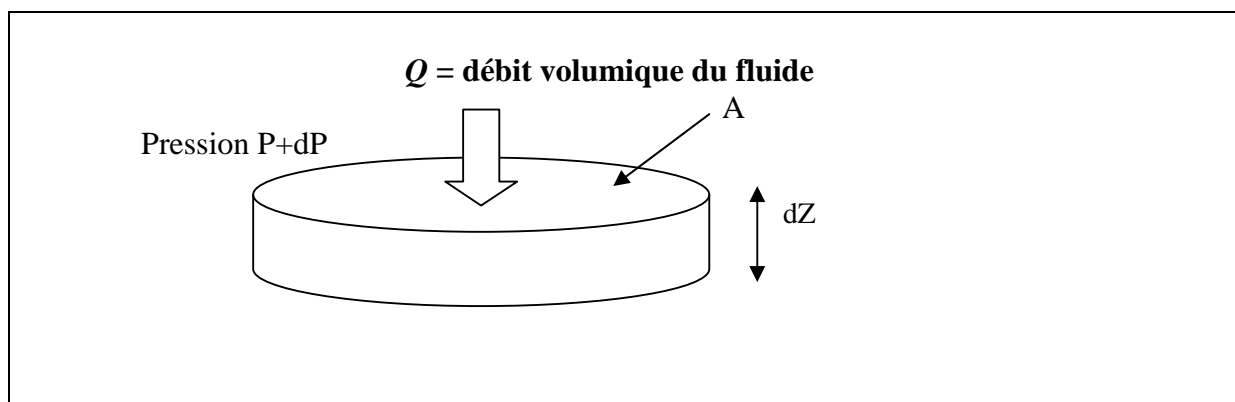


Figure II.21- principe de l'essai de perméabilité

REMARQUE :

- Le terme K est appelée perméabilité et non pas coefficient de perméabilité. C'est une caractéristique du matériau, elle est donc indépendante de la nature du fluide pour sa mesure.
- Lorsque le fluide s'écoulant à travers le matériau sous gradient de pression est l'eau, une autre grandeur est employée appelé coefficient de perméabilité et noté K_w . ce coefficient est défini aussi par la relation de DARCY en exprimant la vitesse apparente de l'eau [$v=Q/A$] et en introduisant le gradient hydraulique dh/dz ($dp/dz = \varpi_e \cdot dh/dz$ ou ϖ_e est le poids volumique de l'eau), alors :

$$V=Q/A = -\frac{K}{\mu_E} \cdot \varpi_E \cdot dh/dz$$

Ou ϖ_e est la viscosité d'eau.

Le coefficient de perméabilité est $K_w = (K \cdot \varpi_e / \mu_e)$

Et la vitesse apparente est donnée par $V = -K_w \cdot dh / dz$

En génie civil, les principaux écoulements de fluides rencontrés sont des écoulements d'eau. Les matériaux sont caractérisés par le coefficient de perméabilité.

II.3.4 Les paramètres influents la perméabilité à l'eau du béton:

II.3.4.1 Le rapport E/C :

Le rapport E/C exerce une très grande influence sur la perméabilité à l'eau de la pâte de ciment hydraté (Figure II.22).

Plus le E/C est faible, plus la perméabilité de la pâte diminue. La chute est très rapide entre 0,7 et 0,6 puisque c'est dans cette plage que le réseau de pores capillaires devient discontinu.

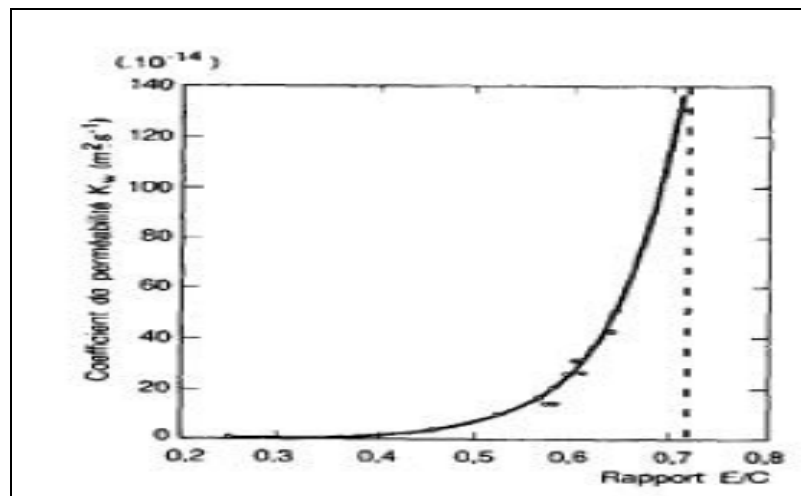


Figure II.22 : Relation entre le coefficient de perméabilité à l'eau des pâtes de ciment totalement hydraté et le rapport E/C. [14]

Comme pour la perméabilité à l'air, il existe un lien entre la perméabilité à l'eau et la résistance à la compression du béton. La figure II.23 présente un ensemble de résultats obtenus avec un groupe de bétons contenant ou non des ajouts minéraux. Les rapports E/L sont compris entre 0,25 et 0,45.

Pour les rapports E/C les plus faibles (<0,30), la perméabilité atteint des valeurs très faibles ($< 5 \times 10^{-14}$ m/s). En pratique, on peut considérer que ces bétons sont imperméables à l'eau.

On remarque qu'il y a une relation très nette entre la perméabilité à l'eau et la résistance à la compression. La perméabilité à l'eau diminue rapidement avec l'augmentation de la résistance. Cependant, pour des résistances supérieures à 55 MPa, la perméabilité évolue très peu et atteint un niveau très faible.

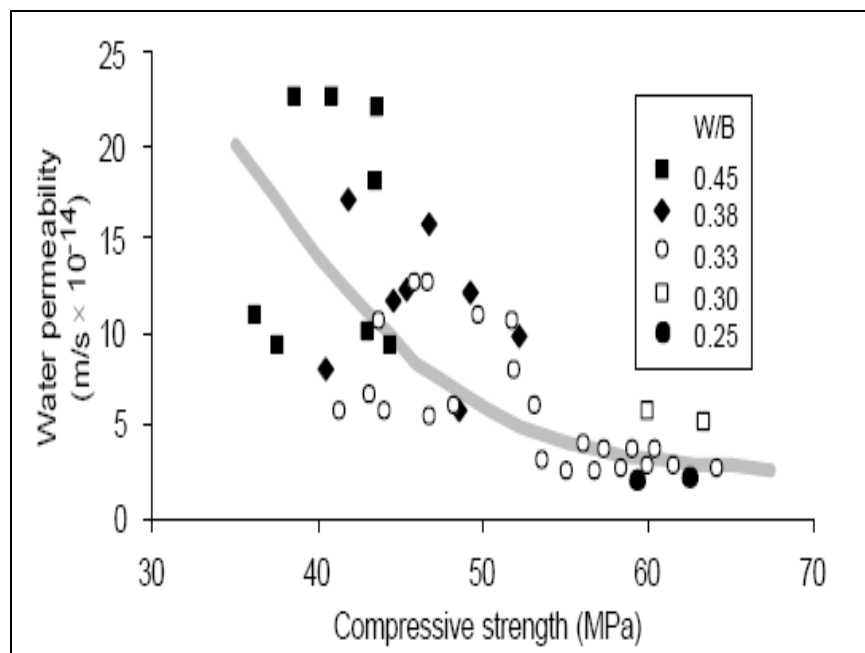


Figure II.23 : Perméabilité à l'eau en fonction de la résistance à la compression. [14]

II.3.4.2 La zone d'interface pâte - granulat :

Pour un même rapport E/C, la perméabilité à l'eau du mortier ou du béton est généralement supérieure à celle de la pâte en raison de la zone d'interface pâte -granulat (Figure II.24).

La zone d'interface pâte -granulat est généralement moins dense et plus poreuse que le reste de la matrice formée par la pâte de ciment hydraté.

Elle présente souvent une plus grande densité de microfissures. Cette zone offre donc un chemin préférentiel pour le passage de l'eau, des gaz ou des ions.

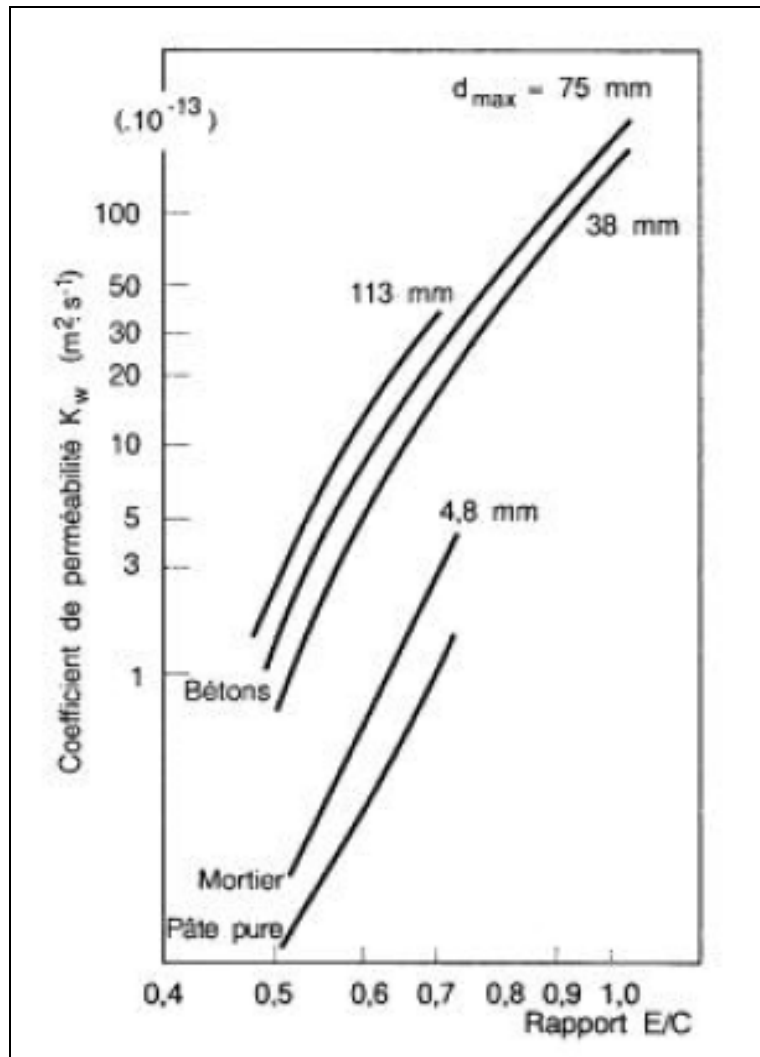


Figure II.24 : Influence du rapport E/C et de la taille maximale des granulats sur le coefficient de perméabilité à l'eau des bétons. [14]

II.3.4.3 Les ajouts minéraux (fumée de silice et cendres volantes) :

La fumée de silice permet de réduire considérablement la perméabilité à l'eau du béton. Cet effet s'explique, une fois de plus, par le fractionnement de la porosité capillaire. Le remplacement de 10% du ciment par de la fumée de silice rend pratiquement imperméable à l'eau un béton fabriqué avec un rapport E/L de 0,45.

Les CV n'ont pas toujours un effet positif pour la perméabilité à l'eau du béton. Après 28 jours de mûrissement, les CV (20% à 30%) provoquent généralement une augmentation de la perméabilité à l'eau (par rapport à un béton de référence). Cependant, à plus long terme (quelques mois), la perméabilité des bétons avec CV devient généralement plus faible que celle du béton de référence.

II.3.4.4 La durée du mûrissement :

Une période de cure humide plus longue réduit significativement la perméabilité à l'eau du béton (Figure II.25).

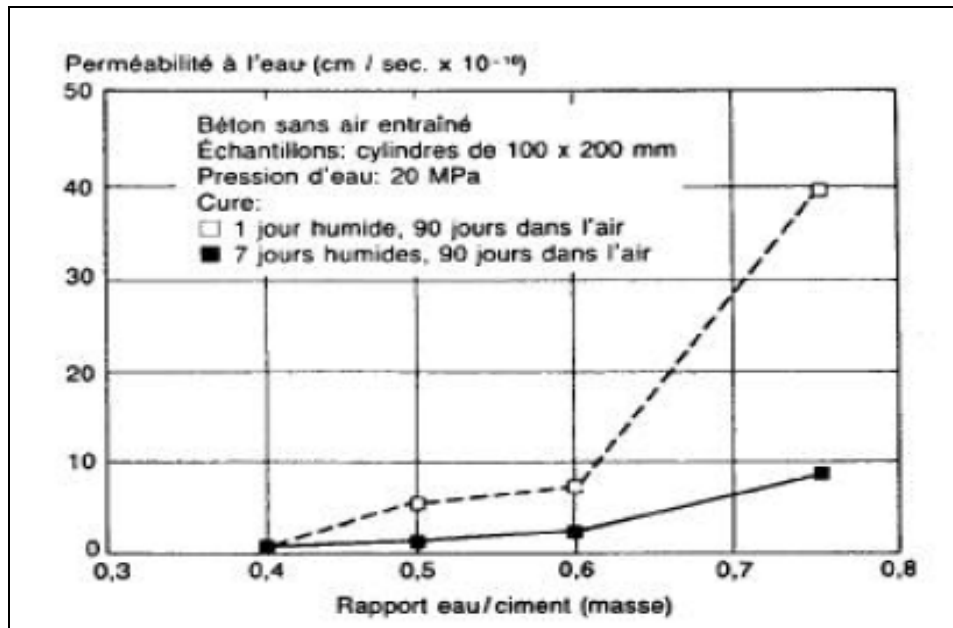


Figure II.25 : Relation entre la perméabilité à l'eau et la durée de la cure initiale. [14]

II.3.5 Effet de la température sur le béton :

II.3.5.1 Bétonnage par temps chaud :

Les problèmes liés au bétonnage par temps chaud sont dus soit à la température plus élevée du béton ou à l'accélération de la vitesse d'évaporation du béton frais. Ces problèmes concernent le malaxage, la mise en place et le mûrissement.

Pendant le temps chaud il faut prendre certaines mesures pour minimiser ou contrôler les effets d'une température ambiante et d'un rayonnement solaire élevés.

Une température élevée accélère la prise du béton. Les essais sur mortier ont montrés que le temps de prise initiale était sensiblement divisé par deux lorsque la température du béton passe de 28 à 46 °C. L'effet était le même pour des rapport E/C compris entre 0.40 et 0.6, mais le temps réel de prise était d'autant plus court que le rapport était faible.

Une température ambiante plus élevée nécessite une plus grande quantité d'eau et augmente la température du béton frais. Ce qui entraîne une hydratation plus rapide qui conduit à une prise plus rapide et à une résistance plus faible à long terme. Une évaporation rapide provoque de la fissuration par suite du retrait. [15]

II.3.5.2 Influence de la température sur la résistance du béton :

Une température plus élevée pendant la mise en place accélère la prise et augmente la résistance au très jeune age, mais, elle peut avoir un effet inverse sur la résistance ensuite. En effet une hydratation initiale rapide peut conduire à la formation de produits d'hydratation présentant une structure physique moins compacte, probablement plus poreuse, de sorte qu'un pourcentage de pores restera non remplis. En se basant sur la règle du rapport gel / espace, cela conduit à une résistance plus faible comparée à celle d'une pâte de ciment moins poreuse, hydratée lentement, dans laquelle un rapport gel/espace élevé sera atteint.

L'examen de l'effet d'une température plus élevée durant les premiers jours sur la résistance des cylindres, comparés à des cylindres mûris dans les conditions habituelles, a montré une réduction significative de résistances enregistrées à 28 jours : un jour à 38 °C

conduit à une réduction d'environ 10 % et 3 jours à 38 °C se traduit par une réduction d'environ 22%.

Des études effectués ont confirmés l'influence de la température au moment de la mise en œuvre sur la résistance : typiquement, une augmentation de 5 °C entraîne une diminution de la résistance de 1.9 Mpa.

L'influence de la température sur la résistance du béton à 1 jour et 28 jours montre que plus la température de fabrication et de mûrissement est élevée, plus la résistance à 1 jour est élevée, alors, que pour les ages de trois à 28 jours l'influence de la température change radicalement.[15]

II.3.5.3 Influence de la température sur la porosité et la perméabilité du béton :

La température à l'intérieur du laboratoire est généralement contrôlée, elle est comprise entre 18°C et 20 °C. La plupart des informations concernant le béton frais et durcit sont fondés sur le comportement du béton à ces températures. En pratique le béton est confectionné dans des conditions de températures très variées et demeure aussi en service dans des différentes températures. [15]

Pour obtenir un bon béton, la mise en œuvre d'une composition optimale doit être suivie d'un mûrissement dans un environnement adéquat durant les premiers stades de durcissement. On appelle mûrissement l'ensemble des procédures utilisées pour favoriser l'hydratation du ciment qui consiste en un contrôle de la température et des mouvements d'humidité autour et l'intérieur du béton. [1]

L'influence de la température de la pâte de ciment au tout jeune age (à partir de 24 heures) sur la structure de la pâte de ciment hydraté a été démontrée par les deux chercheurs Goto et Roy, qui ont trouvé qu'un mûrissement à 60 °C entraîne la formation d'un volume de pores dépassant 150 mm de diamètre beaucoup plus élevé que lors d'un mûrissement à 27 °C. Ainsi la perméabilité est contrôlée par les gros pores. [44]

Concernant l'évolution de la perméabilité à l'eau sous température élevée, les essais conduits par Joos et Reinhardt (2002) ont montré une augmentation de la conductivité hydraulique de 13 à 62 % sous la température de 50 °C par rapport à la conductivité hydraulique mesurée à 20 °C et de 3 à 55 % sous la température de 80 °C par rapport à la conductivité hydraulique mesurée à 50 °C.

Dans le cas de la perméabilité au gaz, Les résultats récents obtenus par Lion et al. (2005) ont montré l'évolution de la perméabilité sous une température élevée et après refroidissement. Des mesures de la perméabilité au gaz ont été effectuées sur des éprouvettes cylindriques (diamètre de 37 mm et hauteur de 70 mm) en mortier ordinaire normalisé (Eau / Ciment = 0,5) séché à 60 °C. Concernant l'évolution de la perméabilité résiduelle (après refroidissement) du mortier, soumis à un traitement thermique à des températures de 150 °C et 250 °C jusqu'à l'obtention de la masse constante (vitesse de montée en température de 1 °C/min), les résultats ont montré une augmentation de la perméabilité jusqu'à sept fois (à 250 °C). [15]

II.4 CONCLUSION :

- Tous les effets néfastes associés à la durabilité font intervenir l'écoulement d'un fluide (liquide ou gaz) à travers le béton. Il est donc nécessaire de prendre en considération la perméabilité pour la qualité du béton. [1]

- Les différentes natures de transfert de matière pouvant intervenir dans la dégradation des bétons peuvent être classés dans les deux catégories suivantes :

- . Ecoulement de l'eau interstitielle du béton (en phase liquide).
- . Transport par diffusion dans le réseau poreux du béton.

- La perméabilité du béton et celle de la pâte de ciment hydraté est liés aux caractéristiques du réseau de pores capillaire. Les principales caractéristiques du réseau de pores capillaires qui influencent la perméabilité sont : [1]

- ° La porosité
- ° La connectivité
- ° Le degré de saturation

- Selon la répartition en taille des pores, leur volume respectif et leur inter connectivité, le transfert d'un fluide dans un milieu poreux peuvent être plus ou moins facile. Un réseau de pores capillaires faiblement saturé (stades a, b et c) facilite le passage des gaz par diffusion en phase gazeuse. (diffusion de vapeur, O₂ ou CO₂). L'écoulement de la phase liquide et la diffusion ionique sont très lents.

- Une température élevée accélère le temps de prise du béton. Les essais sur mortier ont montrés que le temps de prise initiale était sensiblement divisé par deux lorsque la température du béton passe de 28 à 46 °C. L'effet était le même pour des rapports E/C compris entre 0.40 et 0.6, mais le temps réel de prise était d'autant plus court que le rapport était faible.

- Le rapport E/C, en raison de son influence sur la structure du réseau de pores capillaires, exerce une grande influence sur la perméabilité du béton.

Chapitre III

Etude des béton par **diffraction X**

III.1 INTRODUCTION:

Chaque technique d'observation des éléments très petits ou de microstructure est basée sur le pouvoir de résolution qui est la limite de résolution spatiale et qui représente la distance minimale qu'on peut voir entre deux points qui ne seront pas confondus.

En utilisant une échelle de grossissement par exemple en μm , on peut faire une comparaison entre les différentes techniques d'observation.

Le pouvoir de résolution de l'oeil humain est de l'ordre de 0.2 mm. Alors, avec une loupe on peut obtenir des grossissements de l'ordre de 20 fois.

Le microscope optique a une résolution d'environ 0.2 μm , il peut faire des grossissements de l'ordre de 1000 fois.

Le microscope à balayage a un pouvoir de résolution d'environ 2 nanomètres, il peut donner des grossissements allant jusqu'à 100 000 fois.

Le microscope électronique à transmission a un pouvoir de résolution d'environ 0.1 nanomètres, il peut donner des grossissements allant jusqu'à 2000 000 fois.

Les rayons X du fait qu'ils traversent facilement la matière, ils interagissent de manière particulière avec la matière. Ceci permet de faire de l'analyse chimique. [41]

III.2 HISTORIQUE :

Les rayons X ont été découverts vers 1895 par Wilhelm Röntgen. En effectuant plusieurs expériences, il conclut que ce type de rayonnement invisible est d'une nature plus pénétrante que le rayonnement ultraviolet. Il baptisa les rayons invisibles « rayons X » à cause de leur nature inconnue. [41]

En 1912, M. Von Laue affirme que les rayons X, doivent être de nature ondulatoire et donc doivent être diffractés par des cristaux. Peu après cette découverte, l'apport de Bragg sacra la naissance de la diffraction aux rayons X.

III.3 THEORIE DE LA DIFFRACTION DES RAYONS X :

On appelle diffraction une diffusion selon des directions discrètes. D'après l'optique ondulatoire, le rayonnement d'un objet sous un microscope est diffusé selon plusieurs directions. Un système de lentille recombine ce rayonnement diffusé pour reconstituer une image agrandie. D'après Rayleigh, la distance minimale $r = \lambda/2 \sin(\theta)$ séparant deux points discernables par un instrument d'optique mesure le pouvoir séparateur de cet instrument.

La diffraction des rayons X permet, de connaître l'organisation de la matière. Par exemple, on peut distinguer les différentes alumines (oxydes d'aluminium) bien qu'elles aient tous exactement la même composition élémentaire. Cependant, cette technique ne peut s'utiliser que sur la matière cristalline, c'est-à-dire principalement les roches, les métaux, les céramiques, et certains produits organiques et bien sur le béton. [36]

III.4 PRESENTATION GENERALE DU DIFFRACTOMETRE:

Les principaux constituants d'un diffractomètre sont : [41]

- La source de rayons X.
- Monochromateurs
- Détecteurs
- Collimateur

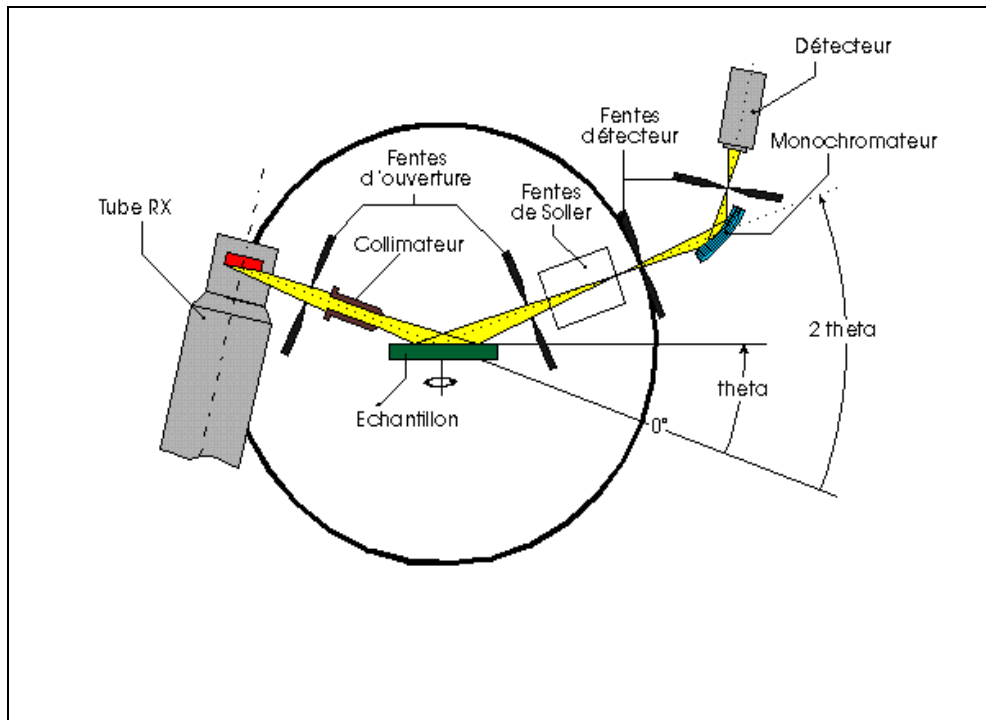


Figure III.1 Schéma d'un diffractomètre. [Modèle Siemens D-500]

III.4.1 La source de rayons X:

Les rayons par le fait qu'ils traversent facilement la matière, ils interagissent de manière particulière avec la matière. Ceci permet de faire de l'analyse chimique.

Les rayons X sont produits dans un tube qui est constitué d'une ampoule de verre contenant deux électrodes à l'intérieur de laquelle régit un vide partiel. Lorsqu'un courant électrique traverse un tel tube, le gaz résiduel est ionisé et les ions positifs, frappant la cathode, en éjectant des électrons qui bombardent les parois de verre du tube en produisant ainsi les rayons X.

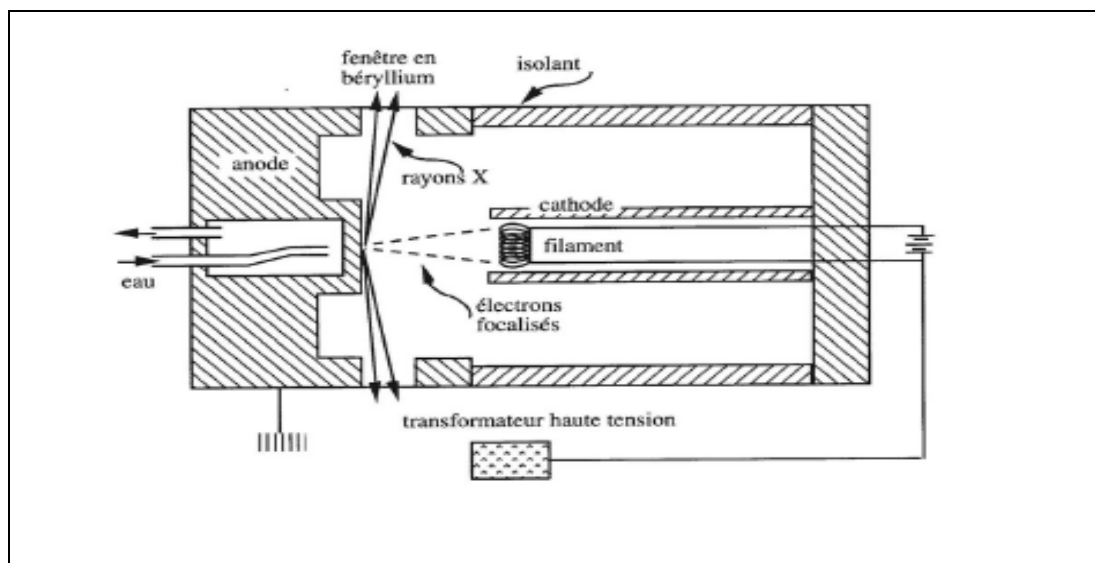


Figure III.2 Schéma du principe d'un tube à rayon X [39]

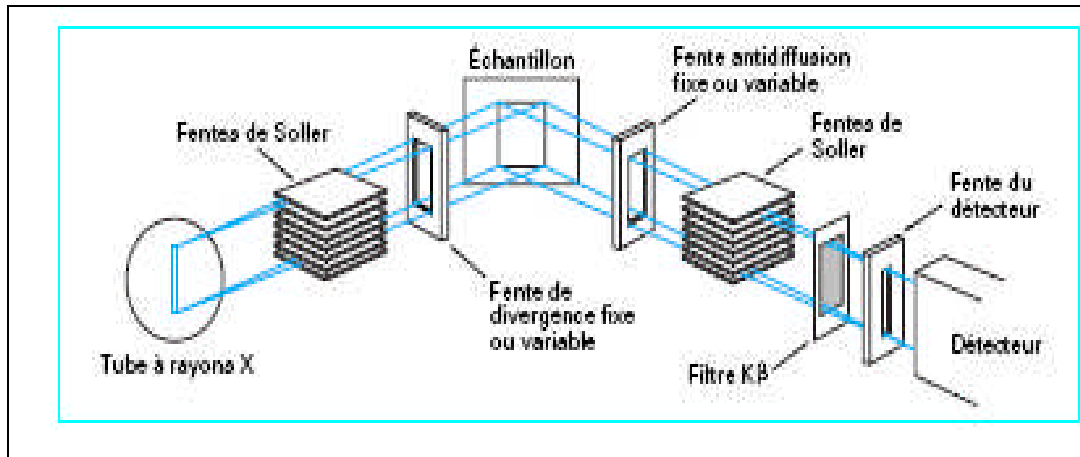


Figure III-3 Parcours du faisceau de rayons X dans un diffractomètre

III.4.2 Monochromateurs:

Les monochromateurs servent à filtrer les rayons diffractés. Il est souvent nécessaire d'extraire du spectre continu une longueur d'onde choisie en utilisant des monochromatiques monocristallins.

III.4.3 Détecteurs:

Les détecteurs servent à la détection des rayons X diffractés.

III.4.1 Collimateurs :

Les collimateurs sont utilisés pour limitation du faisceau.

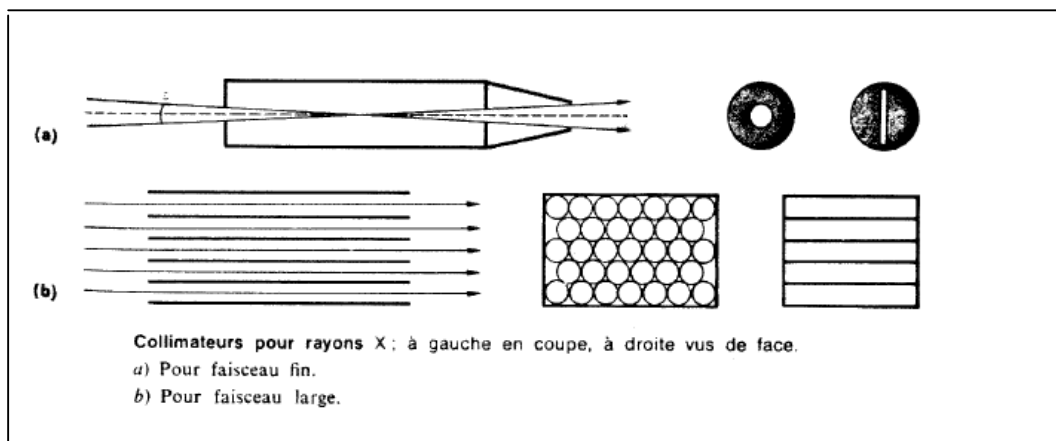


Figure III-4. Collimateurs pour rayons X

III.5 PRINCIPE DE LA DIFFRACTION:

III.5.1 Loi de Bragg :

Elle consiste à éclairer une surface d'analyse par un faisceau de rayons X, et récupérer le signal diffracté par les structures de chacune des phases cristallines du matériau à analyser.

La technique s'appuie sur le fait qu'un réseau cristallin est constitué d'un empilement de familles de plans réticulaires parallèles et équidistants. Le faisceau de rayons X incident est réfléchi partiellement par le premier plan.

Le faisceau non réfléchi "tombe" sur le deuxième plan pour être à nouveau partiellement réfléchi. Et ainsi de suite.

Pour que les ondes diffusées par les différents plans soient en phase et que l'intensité totale de l'onde diffusée soit importante, il faut que:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin(\theta)$$

Où

d est la distance des plans réticulaires

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{h^2 a^2 + k^2 b^2 + l^2 c^2 + 2hkab \cos \gamma + 2hlac \cos \beta + 2klbc \cos \alpha}}$$

λ la longueur d'onde

n l'ordre de la réflexion

Cette relation, connue sous le nom de "loi de Bragg", montre qu'il suffit de mesurer les angles de Bragg (θ) pour déterminer les dimensions et la forme de la maille élémentaire du cristal. Les amplitudes des ondes réfléchies permettent de déterminer la structure atomique du motif.

La diffraction par rayons X permet ainsi de fournir l'identité et la proportion des composants cristallisés d'un échantillon donné (du ciment ou du clinker par exemple, mais plus généralement de toutes sortes de poudres).

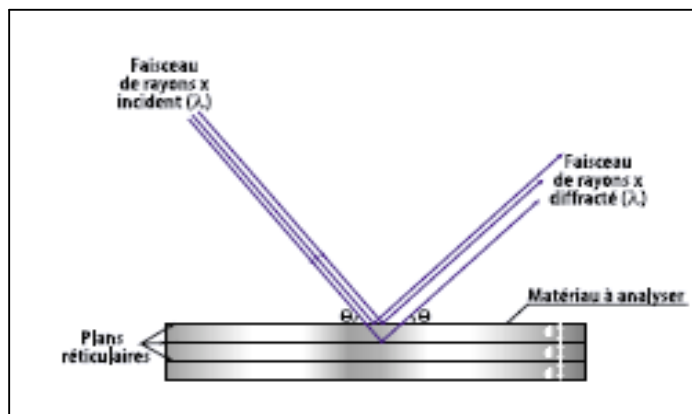


Figure III-5 . Schématisation de la loi de Bragg

En utilisant la loi de Bragg, on peut associer chaque pic à un plan atomique imaginaire. On sait que ces plans peuvent être désignés par des indices de Miler (hkl). On peut donc de même associer ces indices (hkl) aux pics de diffraction. On parle d'«indexation des pics».

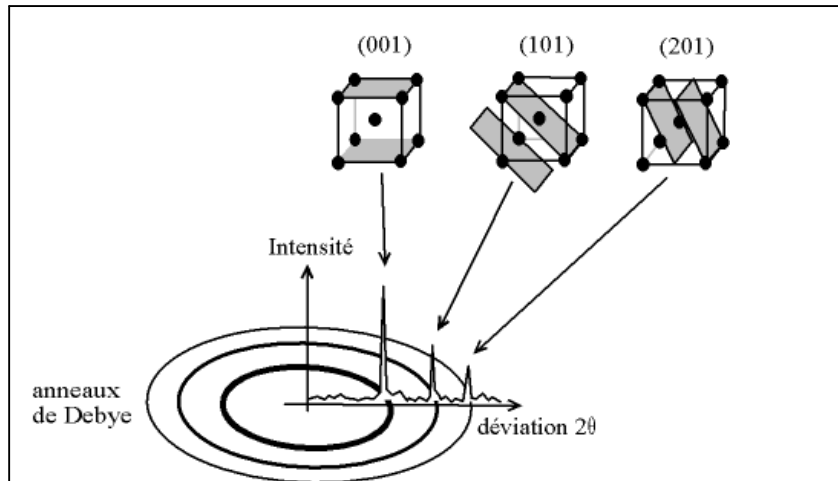


Figure III-6. Indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl)

III.5.2 Méthodes de mesure expérimentales :

Il existe plusieurs méthodes expérimentales d'étude de la géométrie cristalline. Elle repose sur l'interprétation des figures de diffraction.

L'une a pour objet la détermination des distances interréticulaires : c'est la méthode des poudres. Les autres visent l'étude de la symétrie du cristal :

Dans chacun des méthodes, l'obtention des figures de diffraction impose des conditions. La méthode des poudres utilise comme échantillon des microcristaux (ou poudres) et un rayonnement X incident monochromatique. Les autres méthodes utilisent un cristal unique (ou monocristal).

Le tableau III-1 résume cette classification [39]

Etat du solide	échantillon	Radiation X	Méthode appliquée
Microcristaux	Fixe ou mobile	monochromatique	Méthode des poudres
Monocristaux	Fixe	polychromatique	Méthode de Laue
	mobile	monochromatique	Méthode du cristal tournant

Tableau III-1. Classification des solides et différentes méthodes d'analyse appliquées

III. 6 PRINCIPE DE LA DIFFRACTION DES POUDRES :

La méthode des poudres consiste en l'étude de la diffraction de rayons X par les solides cristallisés à l'état de microcristaux ou poudres. En raison de sa facilité de mise en œuvre, cette méthode est la plus répandue et la plus générale : la très grande majorité des substances à l'état solide peuvent être obtenues à l'état de poudre.

L'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière donne naissance à une émission dans toutes les directions d'un rayonnement de même longueur d'onde et de phase cohérente. Ce phénomène de diffusion conduit à des ondes d'amplitude très faible dans le cas de la diffusion par un électron ou un atome. En revanche, la diffusion par la matière, c'est-à-dire un ensemble d'atomes, entraîne une interférence des ondes cohérentes diffusées par chaque atome. Cette onde, dite diffractée, dépend de la structure atomique de la matière.

III. 6.1 Direction du faisceau diffracté :

Dans le cas d'échantillons en poudres formés de très petits cristaux orientés aléatoirement, la direction du faisceau diffracté est donnée par la loi de Bragg. Celle-ci peut être déduite des conditions de Laue, mais également être vérifiée par analogie à la réflexion en considérant une famille de plans interréticulaires (figure III. 7), désignés par les indices de Miller (h, k, l). Par simple trigonométrie, on a les relations :

$$\begin{aligned} AB+CB &= 2 d \sin \theta \\ AB+CB &= n\lambda \end{aligned}$$

avec

- d: distance inter réticulaire séparant deux plans de même famille (h, k, l),
- λ : longueur d'onde du rayonnement diffracté,
- n: l'ordre de diffraction (nombre entier)

d'où la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

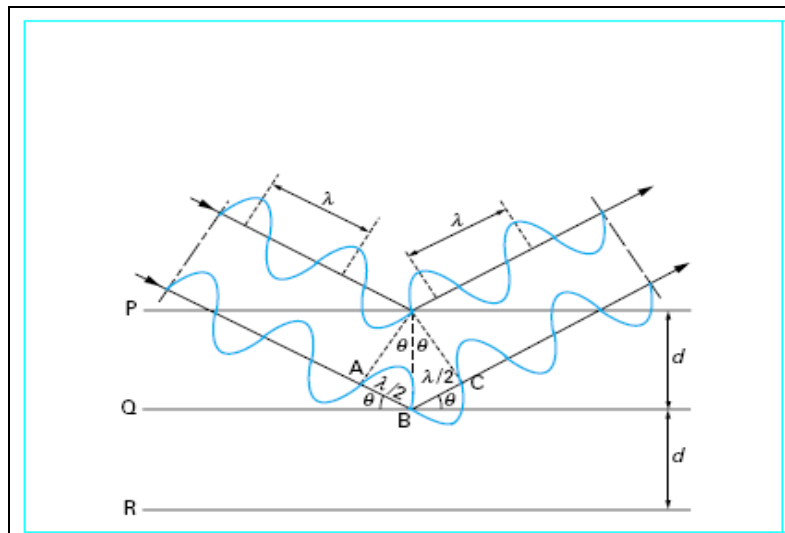


Figure III- 7 – Géométrie expliquant la loi de Bragg par analogie à la réflexion

Les techniques expérimentales permettant l'enregistrement des diagrammes de diffraction ont énormément évolué, non seulement par leur montage de base, mais également par les accessoires et dispositifs spéciaux. [41]

III. 6.2 Méthodes expérimentales de diffraction des poudres :

La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à regarder l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions ; on parle de phénomène de «diffraction». On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau ; la courbe obtenue s'appelle le «diffractogramme».

L'échantillon est une poudre homogène isotrope, ou bien un solide composé de minuscules cristaux soudés entre eux ; on parle de fait de «méthode des poudres» La source

de rayons X est un tube sous vide, ou «tube de Coolidge», muni d'un dispositif permettant de ne sélectionner qu'une seule longueur d'onde (filtre, monochromateur) ; on travaille en monochromatique. Plusieurs montages différents permettent la mesure.

III. 6.2.1 Montage (Diffractomètre) Bragg-Brentano : [41]

C'est le montage le plus courant. L'échantillon se présente comme une plaquette ; cela peut être effectivement une plaquette solide, ou bien une coupelle remplie de poudre avec un niveau bien plan.

Dans la configuration dite « $\theta - \theta$ », l'échantillon est horizontal et immobile, le tube et le détecteur de rayons X bougent symétriquement. Si 2θ est la déviation du faisceau, l'angle entre l'horizontale et le tube vaut donc θ de même que l'angle entre l'horizontale et le détecteur, d'où le nom du montage.

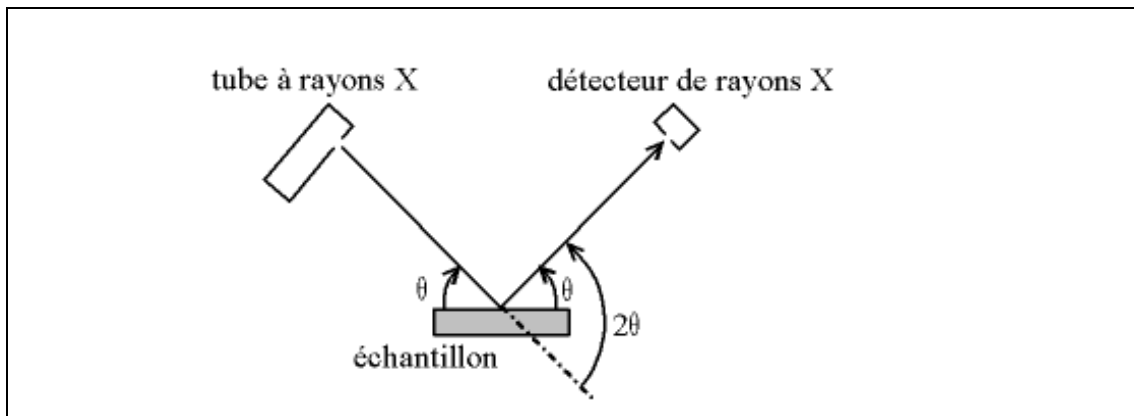


Figure III- 8 – Angles dans le montage de Bragg-Brentano

Comme le tube à rayons X est la partie la plus lourde, on préfère souvent garder le tube fixe et faire bouger l'échantillon et le détecteur. On a alors le montage dit « $\theta - 2\theta$ », puisque le plan de l'échantillon fait un angle θ avec le faisceau incident, et le détecteur fait un angle 2θ avec le même faisceau.

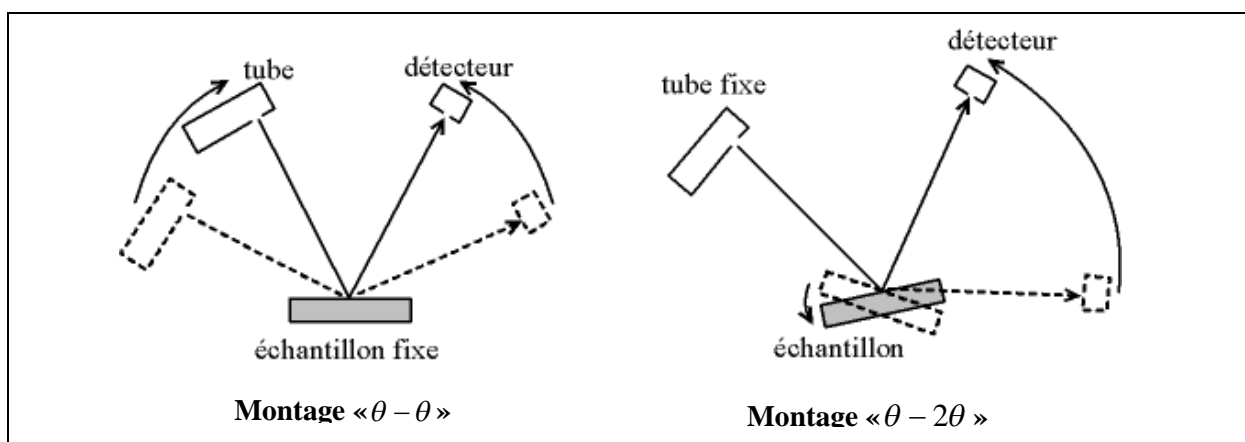


Figure III- 9 - Montage « $\theta - \theta$ » - « $\theta - 2\theta$ »

Le montage de Bragg-Brentano présente l'avantage de récolter le plus d'intensité ; en effet, le faisceau sort divergent du tube, et du fait de la géométrie, il reconverge sur le détecteur. En fait, la convergence n'est pas parfaite (il faudrait un échantillon courbé et non pas plan), on parle donc de focalisation approchée.

Il y a au moins deux moteurs, un pour positionner le détecteur, et un pour le porte-échantillon ($\theta - 2\theta$) ou pour le tube à rayons X ($\theta - \theta$). Ce dispositif s'appelle un «goniomètre», puisqu'il sert à régler les angles d'incidence et de diffraction. Le tout est bien entendu enfermé dans un bâti blindé afin de confiner les rayons X.

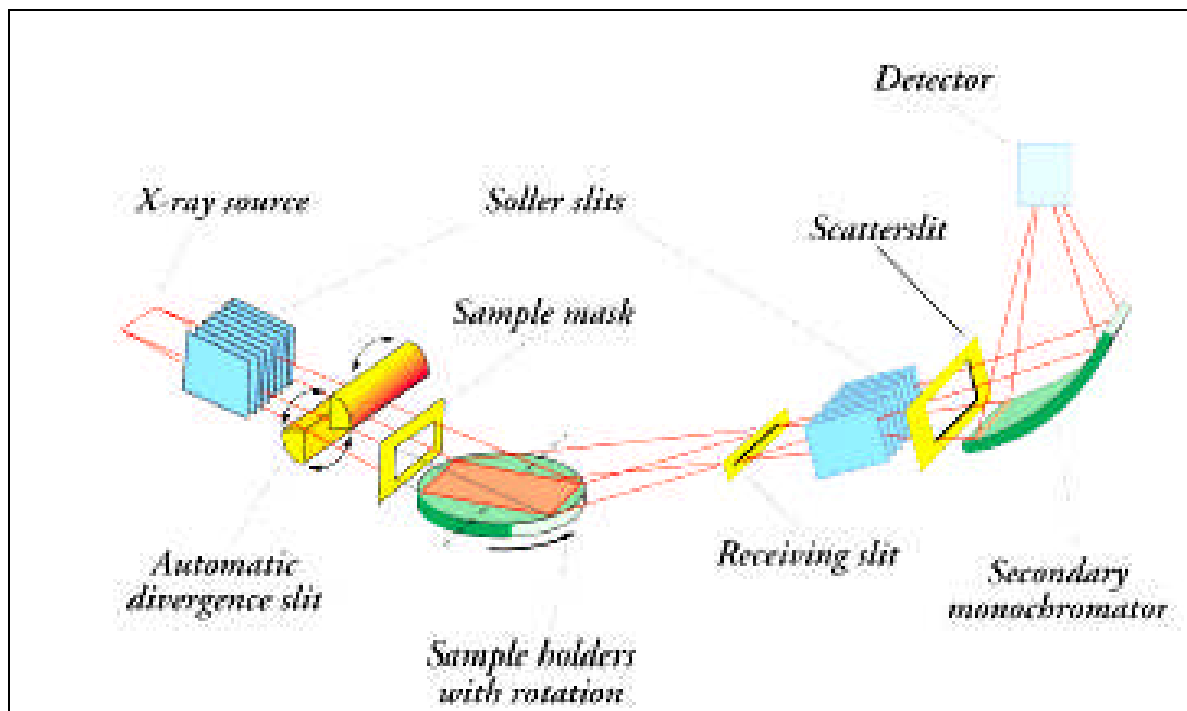


Figure III-10 : Le montage Bragg Brentano

La détection est effectuée soit instantanément sur un grand domaine angulaire 2θ par un film photographique ou par un compteur de photons localisant les impacts des rayons X diffractés, soit en balayant le domaine angulaire 2θ avec un compteur.

La détection des rayons diffractés dépend du montage utilisé :

- Détection photographique : les rayons X impressionnent une plaque photographique ou un film. On obtient des raies. Ce type de détection est utilisé dans les chambres à diffraction.
- Détection électrique : des compteurs de photons X reçoivent le faisceau diffracté, le transformant en signaux électrique qui amplifiés, sont traduits en pics sur un papier enregistreur.

III. 6.2.2 Chambres photographiques : [41]

III. 6.2.2.1 Chambre de Debye-Scherrer :

Dans le montage le plus simple, dit de Debye-Scherrer, le faisceau fin et parallèle, issu d'un tube à rayons X, irradie un échantillon polycristallin en forme de bâtonnet de quelques dixièmes de millimètre de diamètre et comprenant un nombre suffisant de cristallites en

position de diffraction. Le rayonnement diffracté est réparti suivant un cône de révolution ayant le faisceau incident comme axe, l'échantillon pour sommet et 2θ pour demi-angle au sommet. Un enregistrement partiel du rayonnement diffusé est effectué sur un film cylindrique enroulé autour de l'axe de l'échantillon (figure III.11).

Une variante récente consiste à remplacer le film par un détecteur à localisation spatiale de forme courbe et d'ouverture angulaire 2θ suffisamment élevée, jusqu'à 120° .

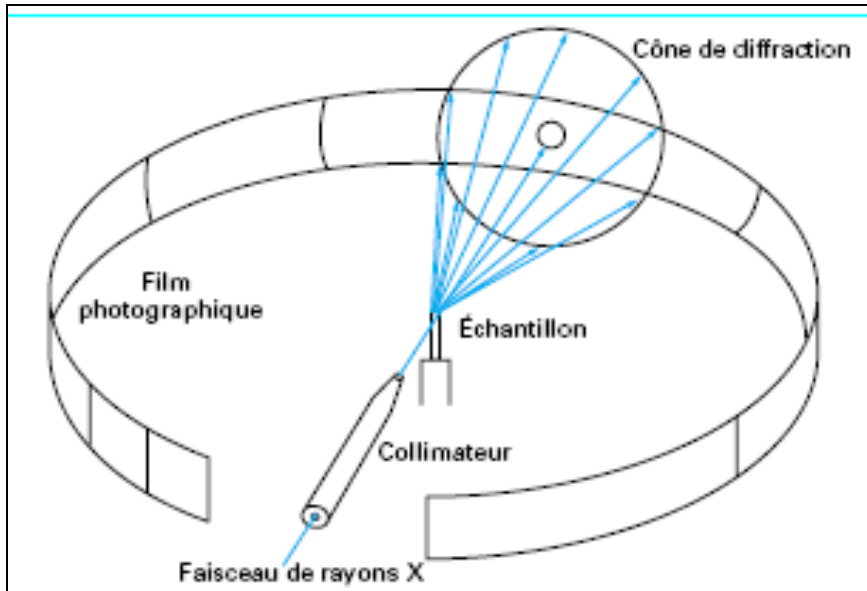


Figure III-11 – Schéma d'une chambre Debye-Scherrer

L'un des principaux intérêts de cette méthode est la mesure précise d'intensité et la possibilité d'effectuer des estimations semi quantitatives, en considérant que le pourcentage d'une espèce minérale est proportionnel à l'aire des pics enregistrés sur le diffractogramme. Ces valeurs sont utilisées dans l'établissement des diagrammes d'équilibre.

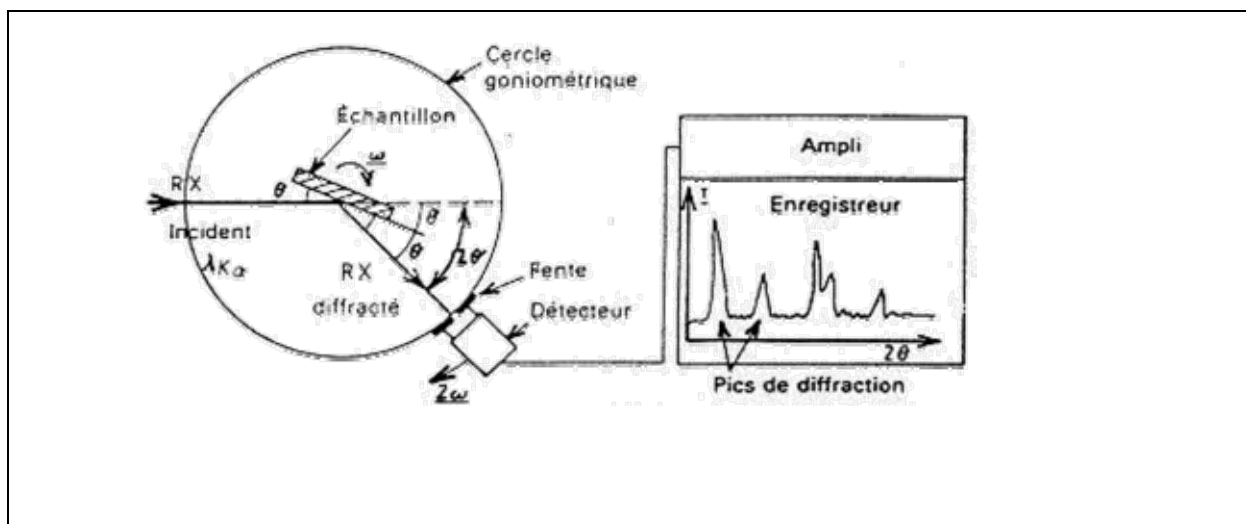


Figure III-12 – Schéma d'une chambre Debye-Scherrer

Notons que l'on peut maintenant remplacer le film photographique par un détecteur en mouvement, on obtient alors un signal de même nature que pour le diffractomètre Bragg-

Brentano. En fait, le diffractogramme peut être vu comme une "coupe" du film photographique.

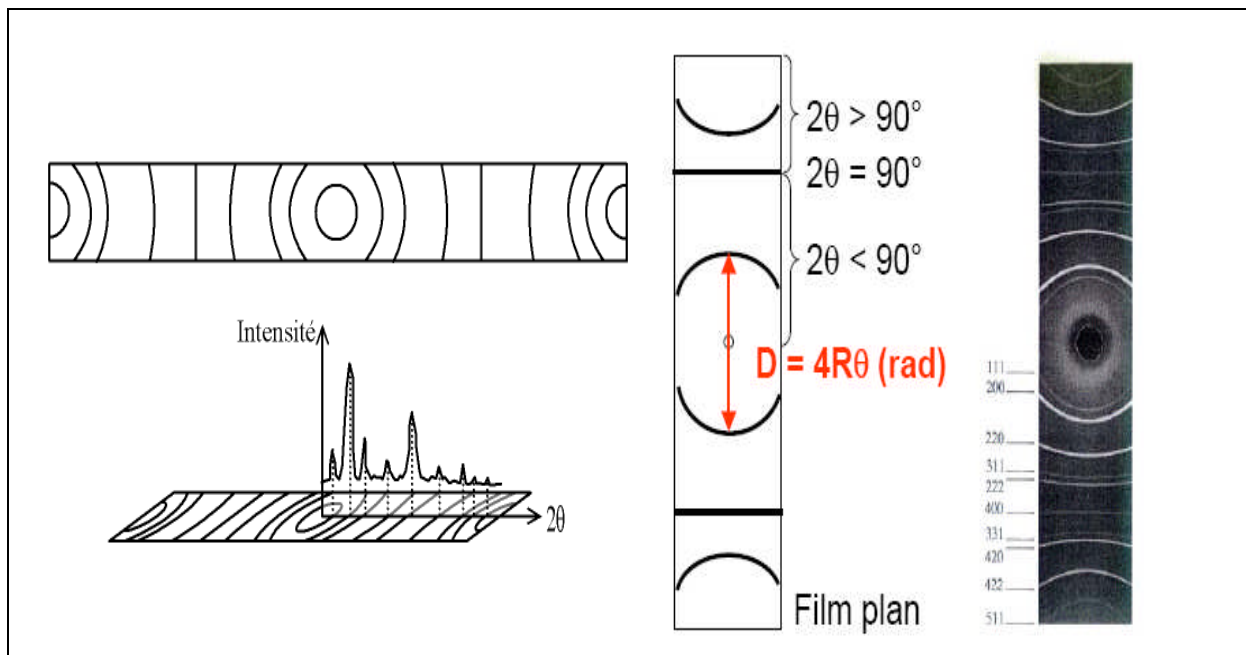


Figure III-13 - Cliché de Debye-Scherrer – rapport avec une courbe $I = F(\theta)$

III. 6.2.2.2 Chambre de Seemann-Bohlin :

Pour améliorer la précision des mesures et obtenir des raies de diffraction plus intenses, on utilise des montages à pseudo-focalisation du type Seemann-Bohlin (figure III.14- a).

III. 6.2.2.3 Chambre de Guinier :

Les chambres de Seemann-Bohlin sont particulièrement adaptées à l'emploi d'un cristal monochromateur pour focaliser le faisceau primaire et pour exciter l'échantillon avec un rayonnement monochromatique.

Ces chambres, dites de Guinier, existent en différentes versions : symétrique, asymétrique, juxtaposée, échantillon en réflexion ou en transmission. La figure III.14 -b représente le modèle symétrique avec échantillon en transmission. Elles sont surtout utilisées lorsqu'une précision élevée de la position des pics et une haute résolution sont exigées.

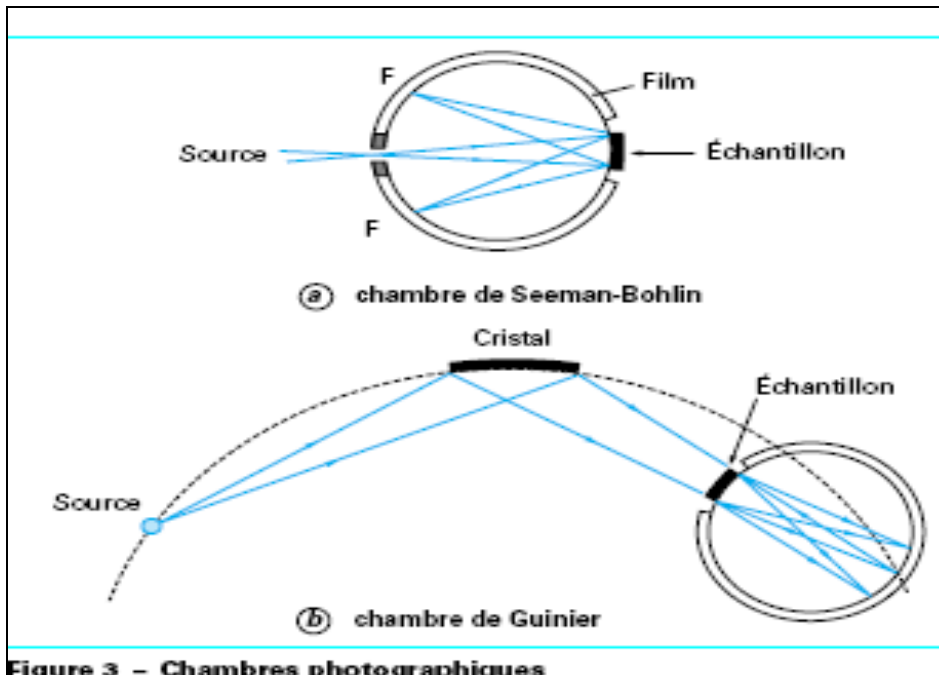


Figure 3 – Chambres photographiques

Figure III-14 – schéma des chambres de Seeman Bohlin et de Guinier

III. 6.2.3 Position des pics sur le diffractogramme, loi de Bragg :

Les rayons X sont une onde électromagnétique et interagissent avec le nuage électronique des atomes. Parmi les interactions possibles, il y a la diffusion élastique : les rayons X sont diffusés dans toutes les directions de l'espace, en gardant la même énergie, la même longueur d'onde.

Lorsque les rayons X frappent un morceau de matière, ils sont donc diffusés par chacun des atomes de la cible. Ces rayons X diffusés interfèrent entre eux. Si les atomes sont ordonnés, c.-à-d. placés à des intervalles réguliers (ce qui caractérise les cristaux), alors ces interférences vont être constructives dans certaines directions (c.-à-d. les ondes s'additionnent), destructives dans d'autres (c.-à-d. les ondes s'annulent). Ces interférences d'ondes diffusées forment le phénomène de diffraction. Donc, pour certains angles de déviation 2θ du faisceau, on détecte des rayons X (interférences constructives), ce sont les pics du diffractogramme; ces angles de déviation sont caractéristiques de l'organisation des atomes dans la maille cristalline. Dans les autres directions, on ne détecte pas de rayon X, c'est la ligne de fond du signal.

Si on calcule les directions dans lesquelles on a du signal, on s'aperçoit que l'on obtient une loi très simple : si on trace des plans imaginaires parallèles passant par les atomes (Figure III.15), et si on appelle d la distance entre ces plans (ou «distance interréticulaire»), alors les interférences sont constructives si elles obéissent à la loi de Bragg (Figure III.16).

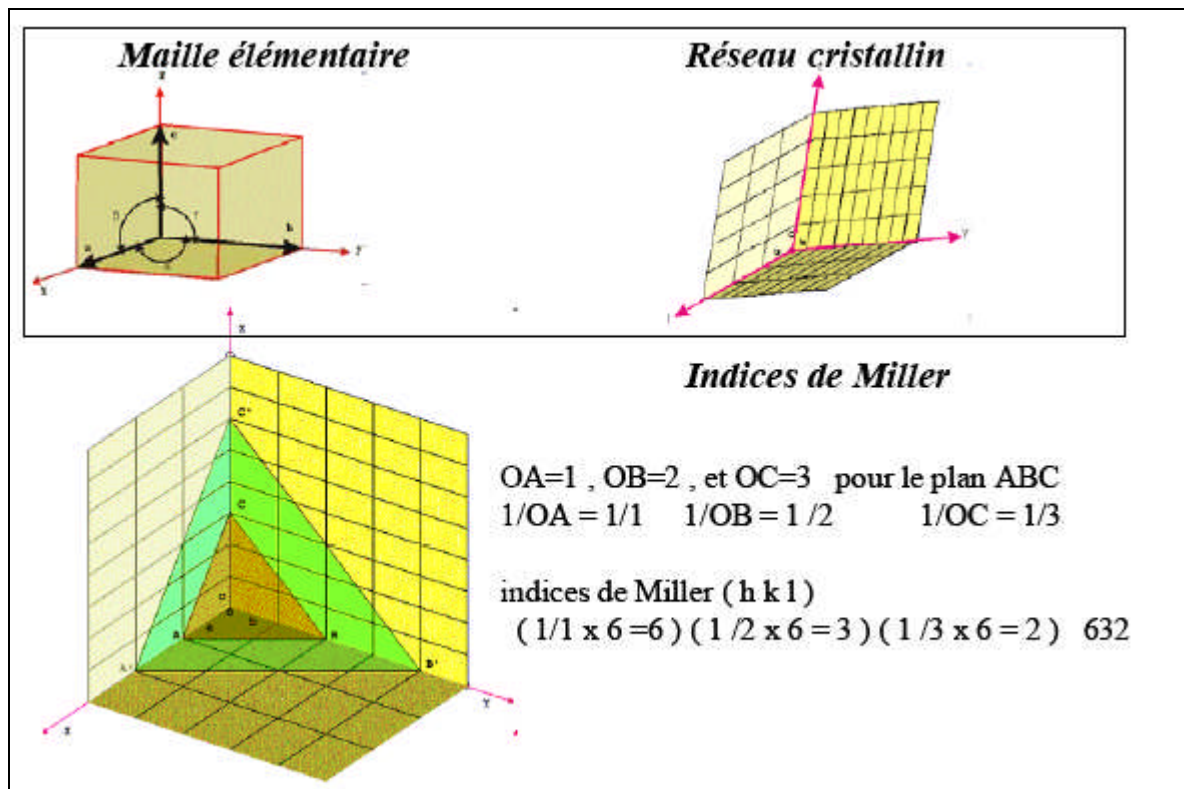


Figure III-15: plan cristallographique et indices de Miller

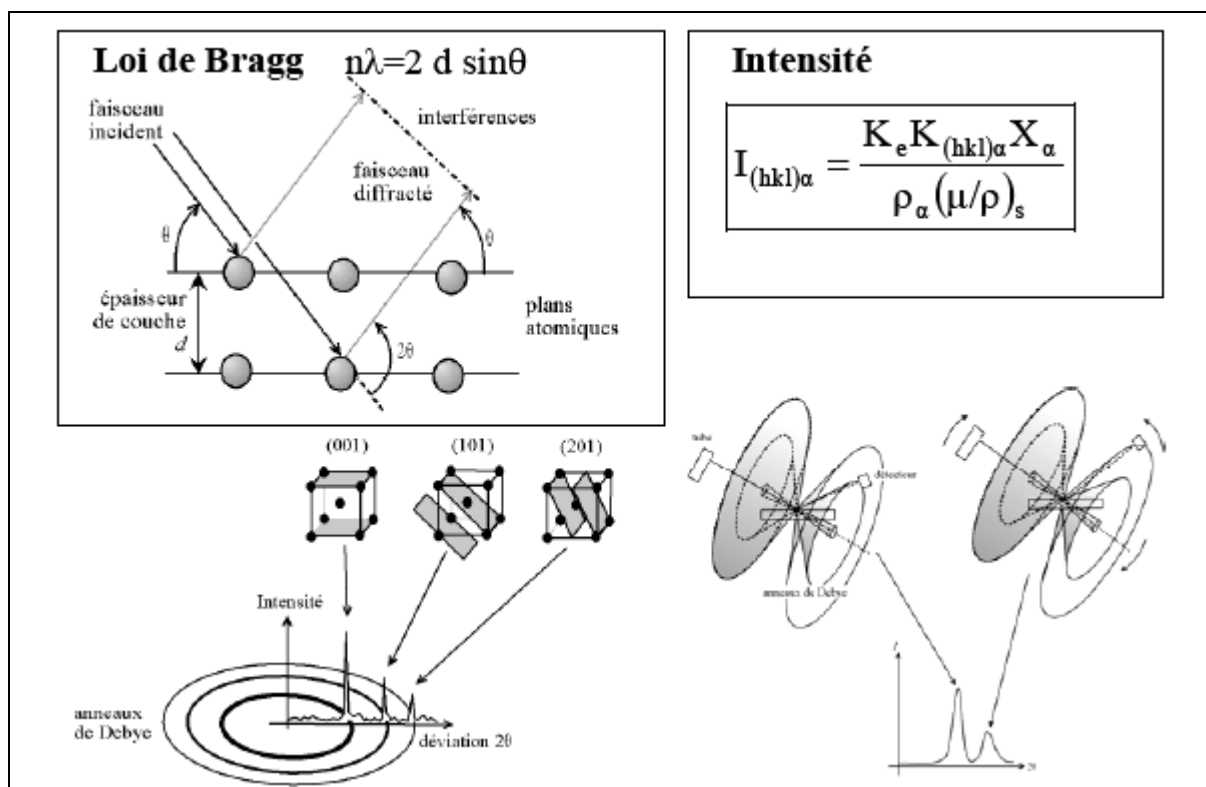


Figure III- 16 : Loi de Bragg

III. 6.3 Analyse qualitative et quantitative des diffractogrammes :

III. 6.3.1 Recherche et sélection de phase : [42]

Si l'on prend une phase pure, alors le diffractogramme est toujours le même. Il diffère d'une phase à l'autre. Il s'agit donc d'une véritable signature de la phase. Pour chaque phase, on peut ainsi constituer une fiche, une liste de pic (2θ , I) (position et hauteur des pics). La hauteur I est la hauteur relative par rapport au pic le plus grand de la phase, en % (le pic le plus grand a alors pour hauteur 100).

Si l'on a un produit inconnu, il suffit de mesurer son diffractogramme, puis de le comparer au catalogue de fiches dont on dispose. S'il s'agit d'un mélange de produit, on aura une superposition des différentes fiches. La base de donnée utilisée provient de l'ICSD (International Centre for Diffraction Data) et contient plus de 170 000 fiches PDF (Powder Diffraction File).

La recherche de phases nécessite fréquemment une connaissance a priori de l'échantillon : composition élémentaire, phases attendues, domaine d'application (p.ex. géologie, cimenterie, métallurgie)... Le logiciel informatique extrait quelques dizaines de fiches aidant l'utilisateur à choisir celles qui correspondent le mieux à la problématique, c.-à-d. dont la signature "colle" au diffractogramme et qui sont cohérente avec la nature supposée de l'échantillon. On donne un exemple de fiche PDF:

Name and formula

Reference code: 01-081-2267

Mineral name: Corundum

ICSD name: Aluminum Oxide

Empirical formula: Al₂O₃ Chemical formula: Al₂O₃

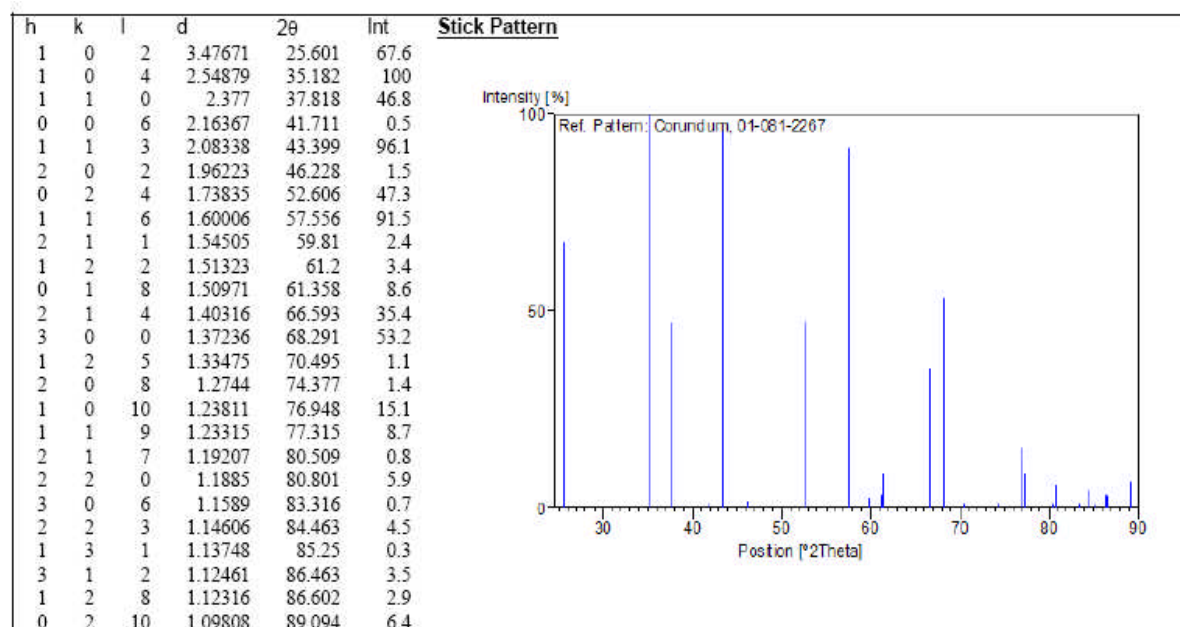


Figure III- 17 : Exemple d'un fichier PDF

L'analyse qualitative des diffractogrammes est réalisée par des logiciels spéciaux, parmi lesquels on peut citer le logiciel X'Pert High Score Plus utilisé par le laboratoire de physique de l'université de M'sila.

On peut donner quelques diffractogrammes de fiches PDF utilisés dans l'analyse des ciments :

1/ pour le C₃S :

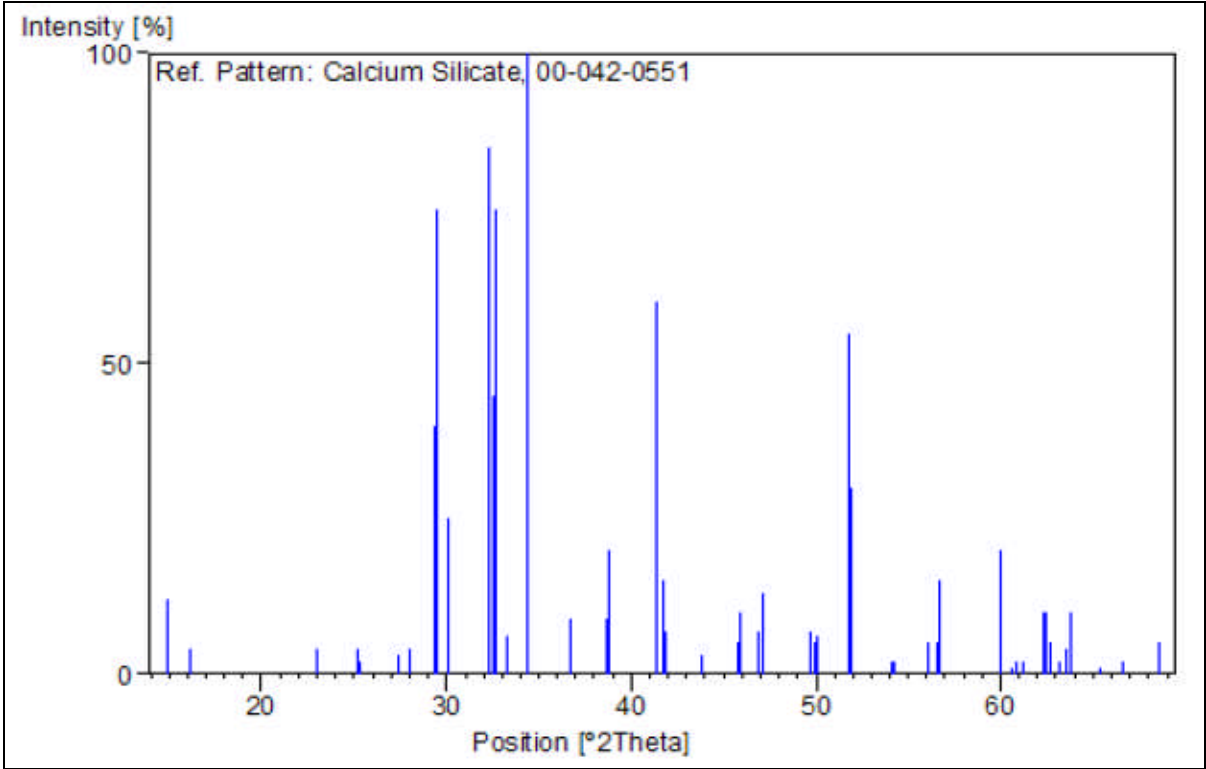


Figure III- 18 : diffractogramme du C₃S

2/ pour le C₂S :

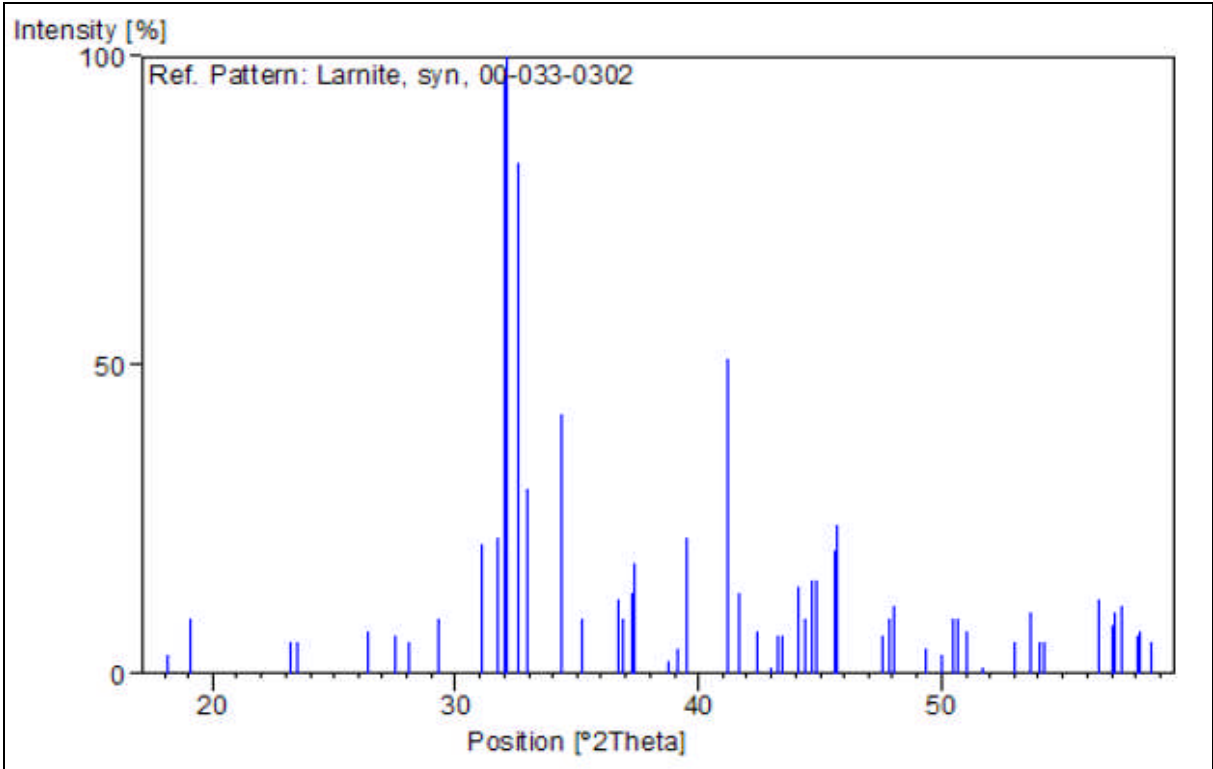


Figure III- 19 : diffractogramme du C₂S

3/ pour le C₃A :

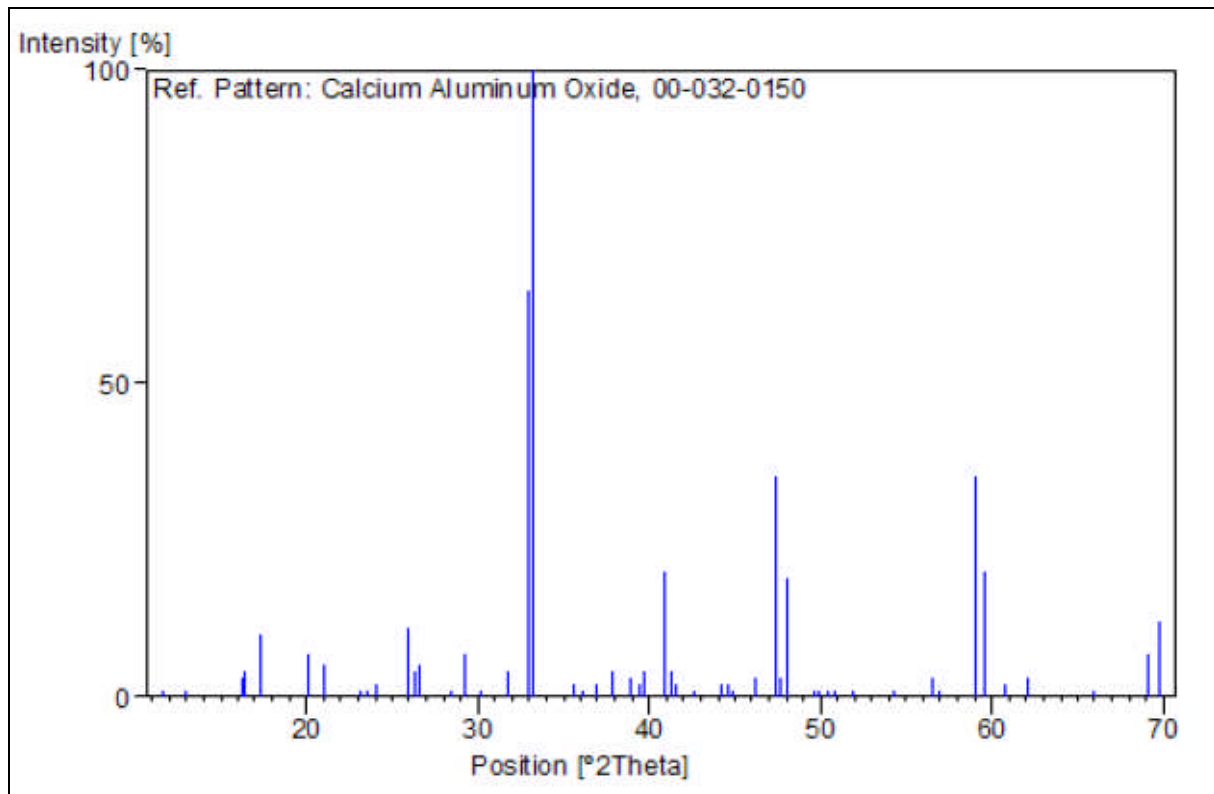


Figure III- 20 : diffractogramme du C₃A

4/ pour le C₄AF:

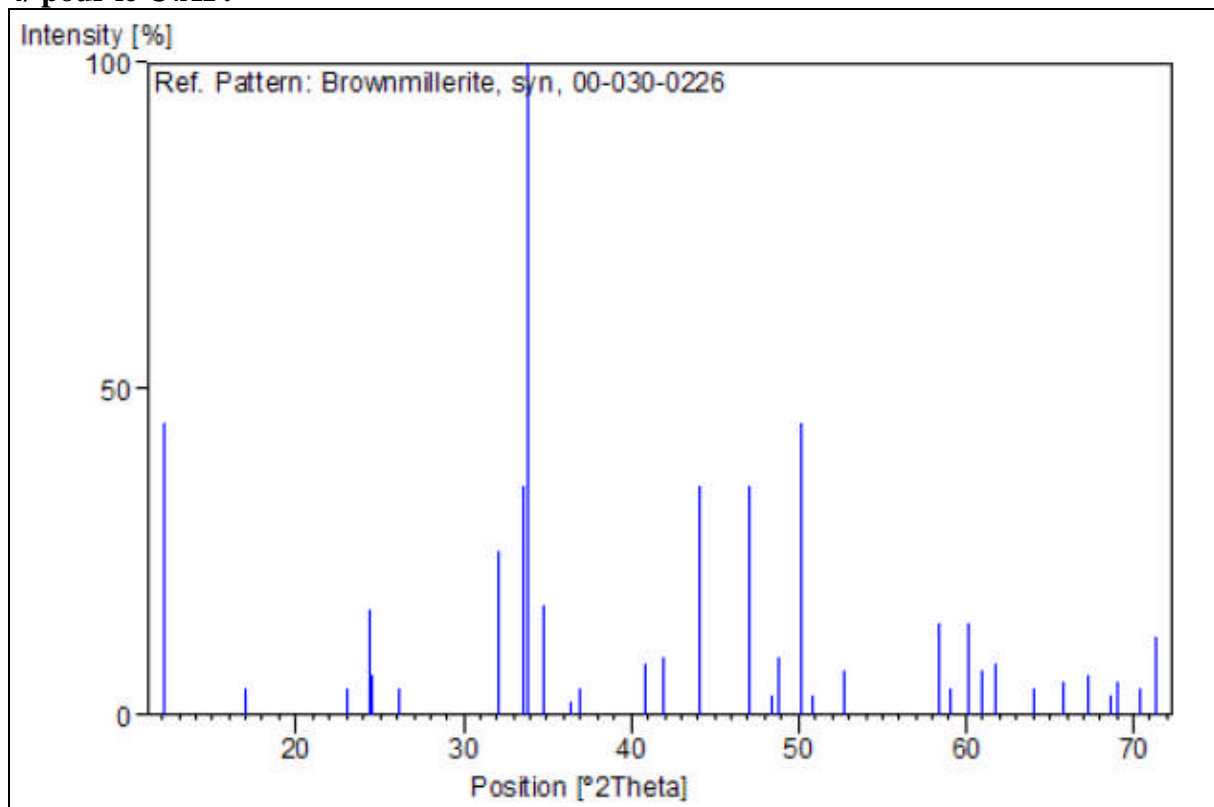


Figure III- 21 : diffractogramme du C₄AF

5/ Pour le Gypse, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$:

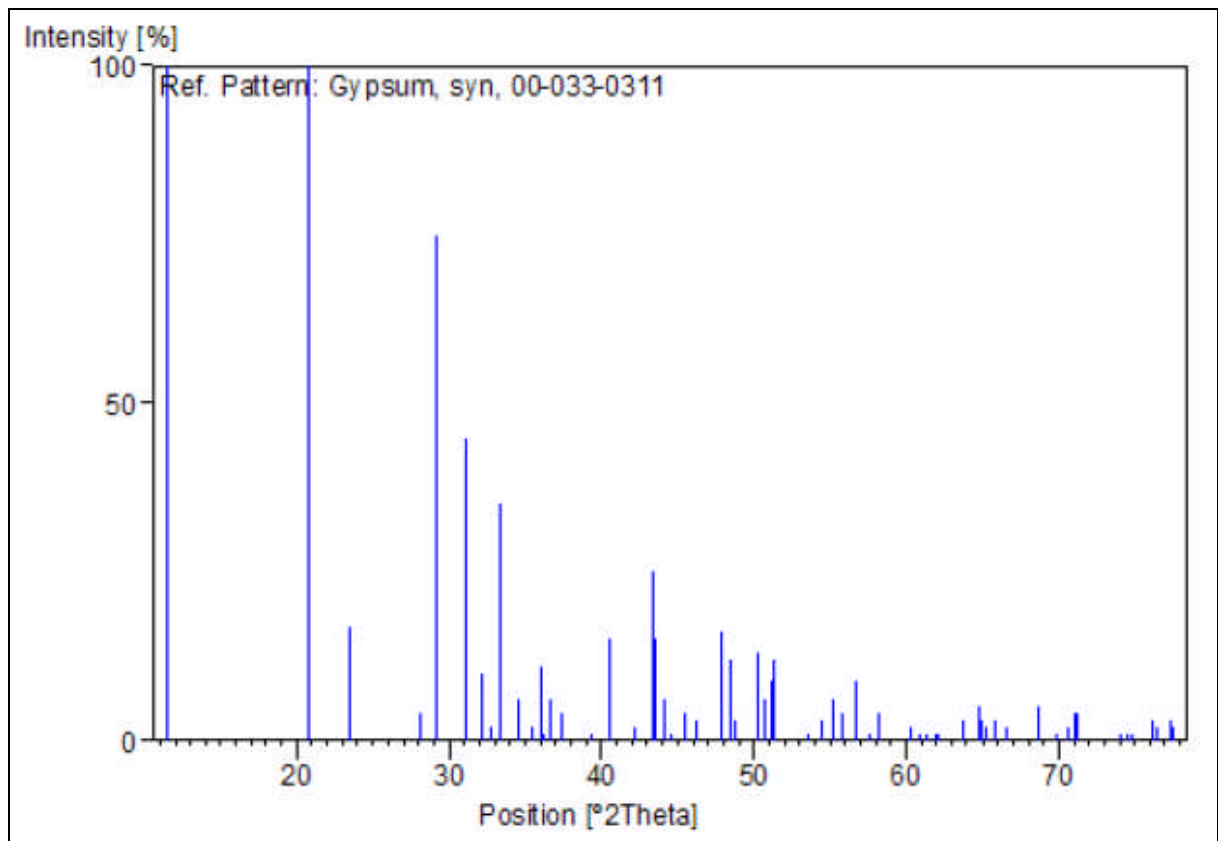


Figure III- 22: diffractogramme du Gypse, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

6/ Pour l'Anhydrite, CaSO_4 .

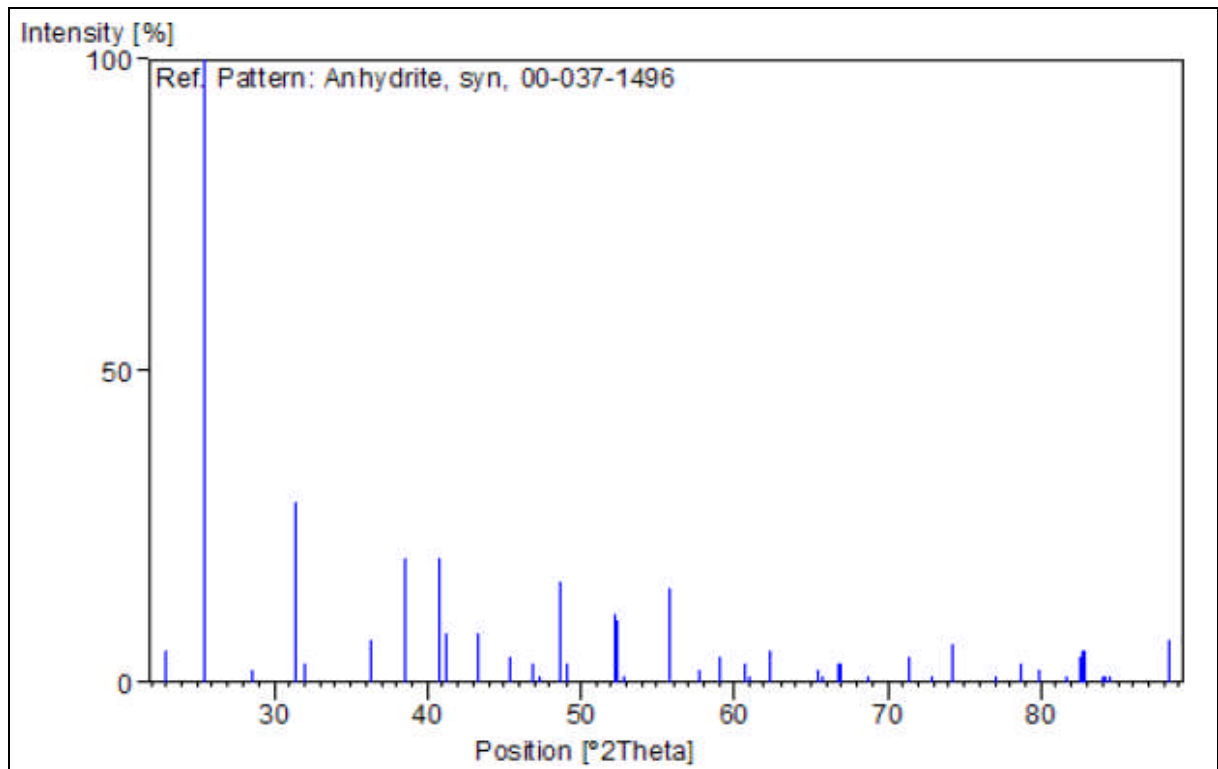


Figure III- 23 : diffractogramme du Gypse, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

III. 6.4 Analyse d'un échantillon inconnu :

Si l'on a un produit inconnu, il suffit de mesurer son diffractogramme, puis de le comparer au catalogue de fiches dont on dispose. S'il s'agit d'un mélange de produit, on aura une superposition des différentes fiches.

Il se peut que plusieurs fiches, plusieurs signatures différentes, soient semblables et donc permettent d'expliquer le diffractogramme. Dans ce cas, seule une connaissance de l'échantillon, son histoire, sa composition élémentaire ... , peut permettre de choisir le ou les bons candidats.

Il se peut aussi que la signature du produit soit altérée, soit parce que des pics sont cachés par les pics d'une autre phase (superposition de pics), soit parce que le produit n'est pas pur.

Dans tous les cas, l'algorithme informatique ne peut que proposer des fiches probables, le choix final des fiches à retenir appartient entièrement à l'utilisateur. Il y a donc deux étapes, recherche (informatique) et sélection (manuelle) des phases probables.

III. 6.5 Préparation des échantillons :

Une des difficultés des techniques de diffraction des poudres est d'obtenir la reproductibilité des valeurs d'intensités. Celle-ci dépend de l'instrumentation, dont principalement la statistique de comptage, mais encore plus de la préparation des échantillons. En effet, et contrairement aux positions des raies, les intensités enregistrées dans les diffractogrammes peuvent montrer, même pour une substance pure, des différences importantes par rapport aux intensités relatives résultant de l'équation théorique. Les plus grandes différences sont essentiellement dues à une finesse insuffisante de la taille des particules et aux effets de texture lorsque les grains ou cristallites ne sont pas orientés au hasard, mais possèdent des orientations préférentielles. Il faut également, lors de la préparation des échantillons, éviter d'introduire des contraintes ou des déformations et s'assurer de leur planéité.

III.7 CONCLUSION

La diffraction par rayons X permet de fournir l'identité et la proportion des composants cristallisés d'un échantillon donné (du ciment ou du clinker par exemple, mais plus généralement de toutes sortes de poudres).

La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à regarder l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions ; on parle de phénomène de «diffraction». On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau ; la courbe obtenue s'appelle le «diffractogramme».

Si l'on prend une phase pure, alors le diffractogramme est toujours le même. Le diffractogramme diffère d'une phase à l'autre. Il s'agit donc d'une véritable signature de la phase.

Si l'on a un produit inconnu, il suffit de mesurer son diffractogramme, puis de le comparer au catalogue de fiches dont on dispose. Si il s'agit d'un mélange de produit, on aura une superposition des différentes fiches.

Chapitre IV

Etude des paramètres influants la durabilité du béton

(Perméabilité - Température - Milieux agressifs)

IV.1 CARACTERISTIQUE DES MATERIAUX UTILISES :

Pour étudier l'influence des effets climatiques sur la perméabilité du béton. Nous avons réalisé des cylindres creux de 14 cm de hauteur et de 16 cm de diamètre

Pour les essais de résistance à la compression. Nous avons confectionné des cubes 10x10x10 cm³. En ce qui concerne l'étude de la dégradation du béton sous l'effet des sulfates. On a réalisé des éprouvettes prismatiques de mortier 4x4x16 cm³. Nous allons examiner maintenant les caractéristiques des matériaux utilisés dans la confection du béton et du mortier

Les matériaux utilisés sont :

Un sable fin d'origine silicique qui provient de la région de (OUED MAITRE) de BOUSÄADA (M'sila)

Deux fractions de gravier (3/8, 8/16) l'origine calcaire de carrière COSIDER (à EL ËCHE) BBA.

Le ciment CPJ – CEM II / A 42.5 (AIN TOUTA – BATNA-)

Les adjuvants de GRANITEX – SFR 122

L'eau potable pour le gâchage et la convection

IV.1.1 Sable:

a/ Origine :

Le sable utilisé provient des bores de l'oued Maïter. Cet oued est situé entre les collines de Boussaâda, entre lesquelles souffle un vent provenant du sud chargé de grains fins. L'avance du désert a permis donc, au fils des ans le dépôt du sable dans l'oued, qui par la suite a assuré son transport et son étalement. Ainsi plusieurs couches de sable fin mélangé aux galets de l'oued se sont formées sur des profondeurs de plusieurs mètres le long de l'oued.

b/ Caractéristiques physiques :

Les caractéristiques du sable utilisé sont déterminés expérimentalement, au laboratoire de développement de géomatériaux à l'université de M'sila. Les résultats sont représenté dans le tableau suivant :

Caractéristiques		Résultats	Norme
Masse spécifique absolue (g/cm ³)		2.58	NFP18-555
Masse volumique apparent (g/cm ³)	Etat lâche	1.63	NFP18-555
	Etat compacte	1.78	
Porosité %	Etat lâche	34.5	NFP18-554
	Etat compacte	28.4	
compacité		68.9	NFP18-598
Equivalent de sable	E.S.V	76	
	E.S.P	73	
Teneur en eau %		0.02	NFP18-555
Degré d'absorption d'eau %		1.85	NFP18-555

Tableau IV.1 : Caractéristiques physiques du sable utilisé

COMMENTAIRE :

1/ Porosité : pour les granulats courant, on peut admettre que la compacité en frac est de l'ordre de 0.60 à 0.70 pour le sable. C'est-à-dire, la porosité est de 0.30 à 0.40.

La porosité de notre sable à l'état lâche est 34.5 % donc : $30\% < 34.5\% < 40\%$

—————> C'est un sable de qualité courante.

2/ équivalent de sable :

$$75\% < E.S.V = 76\% < 80\%$$

$$70\% < E.S.P = 73\% < 80\%$$

C'est un sable qui convient pour béton de bonne qualité.

3/ degré d'absorption : selon les normes, la limite supérieur du coefficient d'absorption des granulats est fixé à 5 %. Dans notre cas $Ab=1.85 < 5\%$: condition vérifiée

c/ analyse granulométrique :

La granularité du sable est déterminée selon la norme NFP18-304 et les résultats sont représentés dans le tableau suivant :

Tamis (mm)	Refus partiels	Refus cumulées		Tamisât %
5.00	0	0	0	100
2.5	6	6	0.6	99.4
1.25	30	36	3.6	96.4
0.63	29	65	6.6	93.4
0.315	181	246	24.6	75.4
0.125	686	943	94.2	5.8
0.08	48	990	99	1
fond	10	1000	100	0

Tableau IV.2 : Analyse granulométrique du sable utilisé

d/ Module de finesse :

C'est un facteur très important qui nous permet de juger la grosseur du sable. Il est exprimé par le rapport de la somme des refus cumulés des tamis de mailles : 0.16 – 0.315 – 1.25 – 2.5 (mm) sur 100.

$$Mf = \sum \text{refut} / 100$$

Avec : $1 < Mf < 1.5$: sable très fin
 $1.5 < Mf < 2$: sable fin
 $2 < Mf < 2.5$: sable moyen
 $Mf > 2.5$: gros sable

Pour notre sable : $Mf = 1.41$ donc c'est un sable très fin.

e/ Analyse chimique du sable:

L'analyse chimique du sable est présentée au tableau Tableau IV.3

Elément	symbole	Teneur en %
Silice	SiO ₂	80.14
Chaux	CaO	10.50
Oxyde de ferrique	Fe ₂ O ₃	0.12
Aluminium	Al ₂ O ₃	1.84
Oxyde de magnésium	MgO	0.44
Perte au feu	P.F	4.08

Tableau IV.3 Analyse chimique du sable

Le sable est très pur à haute teneur en silice

IV.1.2 Graviers :

a/ Origine :

Les graviers utilisés pour le béton, sont obtenus par concassage des roches de la carrière COSIDER située à 25 Km de M'sila allant vers B.B.A.

Les roches concassées sont d'origine calcaire, leur résistance à la compression est de 610 Kg/cm².

b/ Classe granulaire:

Les fractions du gravier sont :

Fraction 3/8

Fraction 8/16

c/ Caractéristiques physiques :

Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Caractéristiques	Fraction 3/8	Fraction 8/16	Normes
Masse volumique absolue (g/cm ³)	2.58	2.60	NFP18 - 554
Masse volumique apparent (g/cm ³)	1.31	1.34	NFP18 - 554
Porosité %	48.7	47.9	NFP18 - 554
Degré d'absorption %	1.80	1.35	NFP18 - 554
Teneur en eau %	0.21	0.27	NFP18 - 554

Tableau IV.4 : Caractéristiques physiques du gravier utilisé

d/ Analyse granulométrique :

*** Gravier 3/8 :**

Tamis (mm)	Refus partiels	Refus cumulées		Tamisât %
8	0	0	0	100
6.5	306	306	19.125	80.87
5	530	836	52.25	47.75
4	430	1266	79.125	20.87
3.15	220	1486	92.87	7.125
2.5	97	1583	98.94	1.062
fond	17	1600	100	0

Tableau IV.5 : Caractéristiques physiques du gravier (3/8) utilisé

*** Gravier 8/16 :**

Tamis (mm)	Refus partiels	Refus cumulées		Tamisât %
16	0	0	0	100
12.5	231	231	6.6	93.4
10	1602	1833	65.37	47.63
8	1139.5	2972.5	84.93	15.07
6.3	409.5	3382	96.63	3.37
5	47.5	3429.5	97.98	2.015
fond	70.5	3500	100	0

Tableau IV.6 : Caractéristiques physiques du gravier (8/16) utilisé

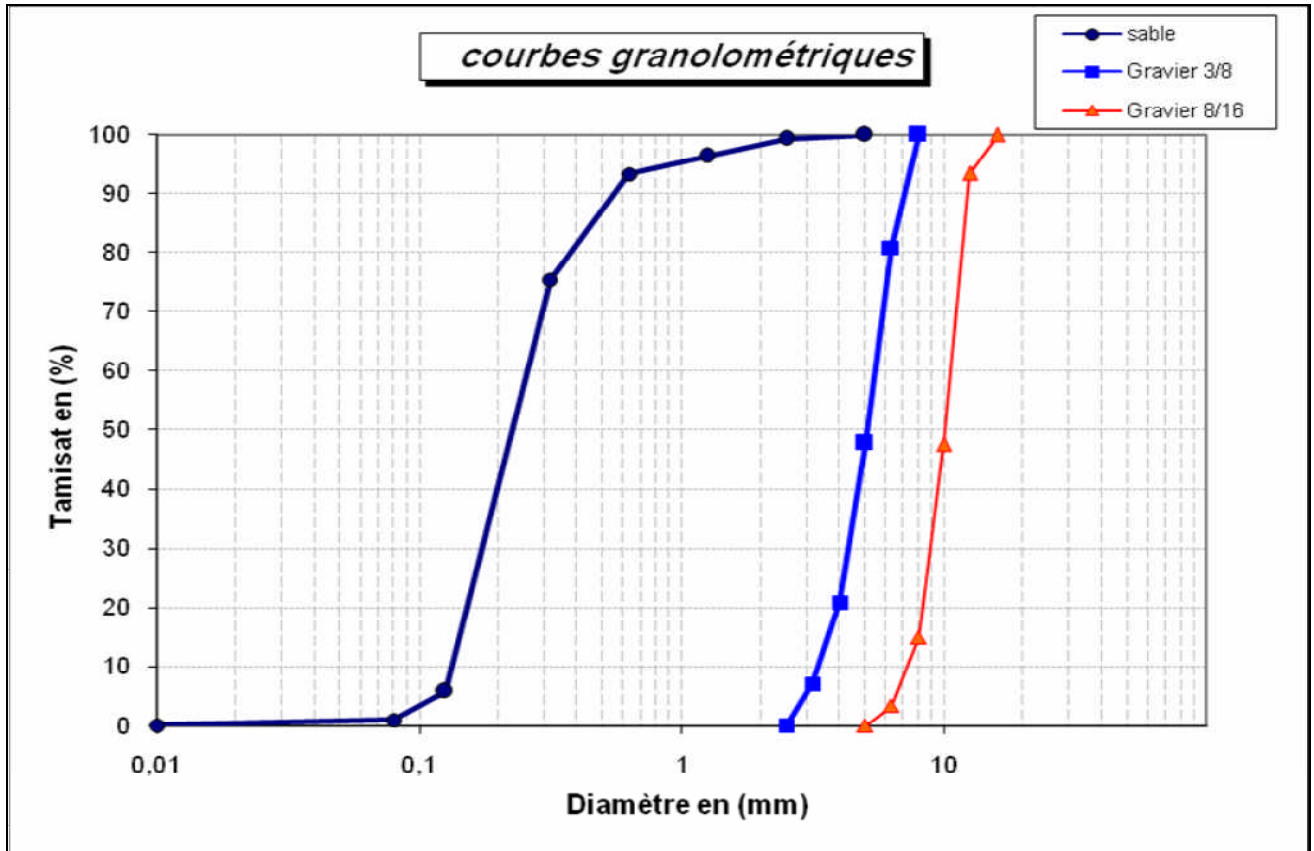


Figure IV.1 : Courbes granulométriques des granulats

e/ Analyse chimique du gravier:

le résultat de l'analyse chimique du gravier est donné dans le tableau Tableau IV.7

Elément	symbole	Teneur en %
Silice	SiO ₂	36.80
Chaux	CaO	32.34
Oxyde de ferrique	Fe ₂ O ₃	1.41
Aluminium	Al ₂ O ₃	4.59
Oxyde de magnésium	MgO	2.04
Perte au feu	P.F	17.80

Tableau IV.7 Analyse chimique du gravier

IV.1.3 CIMENT :

a/ Caractéristiques physiques :

Les différents caractéristiques mesurées au laboratoire de développement des géomatériaux de l'université de M'sila, sont présentés dans le tableau suivant :

Caractéristique	CPJ 42.5
Masse volumique apparente	1.80
Masse volumique absolue	3.11
Surface spécifique	3800

Tableau IV.8 : Caractéristiques physiques du ciment utilisé

b/ Analyse chimique du ciment:

L'analyse chimique du ciment a été établie dans la cimenterie de Ain Touta. Elle est présentée au tableau Tableau IV.9

Elément	Teneur en %
SiO ₂	22.9
Al ₂ O ₃	4.37
Fe ₂ O ₃	3.75
CaO	63.3
MgO	1.80
K ₂ O	0.31
Na ₂ O	0.16
P.A.F	5.73

Tableau IV.9 Analyse chimique du ciment

IV.1.4 ADJUVANT :

L'adjuvant utilisé est fabriqué en Algérie par la société Granitex implanté à Oued Smar Alger. Nous avons utilisé comme adjuvant, un fluidifiant : Médafluid SFR122

C'est un plastifiant, haut réduction d'eau. Il présente comme effet secondaires un retard de prise. Il est compatible avec les ciments CPA,CPI,CRS.

Cet adjuvant permet :

1/ sur le béton frais :

- d'augmenter la maniabilité du béton
- de faciliter la mise en œuvre
- de retarder le temps de prise.

2/ sur le béton durci :

- d'augmenter l'imperméabilité
- d'augmenter les résistances aux agents agressifs
- d'augmenter les résistances mécaniques à long terme.
- D'augmenter la durabilité
- De diminuer le retrait

forme	couleur	PH	densité	Teneur en chlore
liquide	Marron foncé	6.7 ± 0.1	1.18 ± 0.1	$< 1 \text{ g / L}$

Tableau IV.10 Caractéristiques du Médafluide SFR122 (Adjuvant fluidifiant)

IV.1.5 L'EAU DE GÂCHAGE:

L'eau de gâchage est une eau potable fournie au laboratoire de génie civil.

IV.2 Evaluation de l'influence d'une conservation en extérieur sur les propriétés mécaniques du béton; comparaison avec une cure standard à l'eau à 20 °c

IV.2.1 INTRODUCTION :

Le milieu de conservation à l'extérieur sous les effets du climat chaud, des effets cycliques du changement de la température entre jour et nuit ainsi que le vent, sont des paramètres importants en ce qui concerne la durabilité du béton.

Notre présente étude est menée pour déterminer le comportement du béton à base de ciment CPJ (CEM II/42.5 Ain Touta – BATNA) conservé à l'air pendant 28 jours et 90 jours et comparaison des résultats obtenus avec ceux d'un béton qui a subi une cure standard à l'eau à 20 °c.

IV.2.2 PRÉSENTATION DE L'ÉTUDE :

IV.2.2.1 Objectif :

Cette partie de l'étude a pour objectifs d'observer, mesurer et comprendre l'effet du mode de conservation à l'extérieur du laboratoire sous une température élevée et qui peut aller jusqu'à 50 ° C pendant l'été, avec le changement cyclique de la température entre le jour et la nuit et qui peut baisser jusqu'à 18 ° C, ainsi que les effets du vent.

La quantité d'eau de gâchage est un paramètre important pour le comportement du béton vis-à-vis d'une température élevée, c'est pour cela que on a réalisé 04 type de béton (ferme, plastique et très plastique) et en utilisant un adjuvant réducteur d'eau.

L'expérimentation est réalisée sur des éprouvettes cubiques (10x10x10) cm³. Le gâchage est effectué dans un malaxeur normalisé. La gâchée est coulée et vibrée dans des moules cubiques. Les moules une fois remplis, sont entreposés 24 heures avant d'être démoulé, numéroté et conservés soit à l'air ou dans l'eau pendant 28 jours ou 90 jours de cure

Le tableau suivant récapitule l'ensemble des éprouvettes confectionnées et les différents paramètres pris en compte.

Type de béton	Mode de conservation	E/C	Essais réalisés à T (jours)
Béton ferme	A l'eau	0.540	28 JOURS
Béton ferme	A l'air		
Béton plastique	A l'eau	0.624	
Béton plastique	A l'air		
Béton très plastique	A l'eau	0.668	
Béton très plastique	A l'air		
Béton plastique (adjuvante)	A l'eau	0.520	
Béton plastique (adjuvante)	A l'air		
Béton plastique	A l'eau	0.624	90 JOURS
Béton plastique	A l'air		
Béton très plastique	A l'eau	0.668	
Béton très plastique	A l'air		
Béton plastique (adjuvante)	A l'eau	0.520	
Béton plastique (adjuvante)	A l'air		

Tableau IV.11 : les différentes éprouvettes confectionnées et le mode de conservation

Remarque :

- L'utilisation d'un adjuvant réducteur d'eau nous a permis de réduire la quantité d'eau de 15 %.
- la 1^{ère} série éprouvettes destinées aux essais de compression à 90 jours, ont été confectionnées pendant le mois de juin pour pouvoir les conserver à une température élevée et évaluer l'influence de l'élévation de la température sur les caractéristiques mécaniques du béton. Les éprouvettes ont été conservées à l'eau et à l'air pendant une période de 03 mois.

IV.2.3 PROGRAMME EXPÉRIMENTAL :

IV.2.3.1 Composition du béton (présentation des abaques permettant la formulation des bétons):

La composition du béton consiste à définir le mélange optimal des différents granulats, du ciment et d'eau à fin de réaliser un béton dont les qualités soit celles recherchés en ce qui concerne l'ouvrabilité, la résistance et la durabilité.

Pour déterminer la composition de notre béton, nous avons utilisé une méthode de calcul de composition qui a été élaborée par le laboratoire des matériaux de l'université de M'sila [1]. Cette méthode de calcul de composition est élaborée en utilisant la méthode de composition BARON- LESAGE qui est une méthode purement expérimentale qui consiste à recherché par une démarche dichotomique les proportions optimales des constituants donnant l'ouvrabilité (ou maniabilité critique) mesuré par le temps d'écoulement du béton dans le maniabilimètre (LCL) et la résistance souhaitée. Elle comporte 03 étapes distinctes :

* réalisation de plusieurs gâchées ayant des rapports de S/G variables et un rapport C/E constant. On détermine par approximation successive des constituants solides pour lequel, à dosage en ciment et en eau fixe, le béton s'écoule le plus rapidement dans le maniabilimètre.

* le rapport S/G étant connu, on détermine ensuite le dosage en eau (et éventuellement en adjuvant) nécessaire pour que le béton s'écoule en un temps donné qui est fixé d'après le type de béton et le mode de mise en œuvre.

* confection de bétons ayant différents dosages en ciments en assurant la maniabilité voulue.

* étude de l'influence du dosage en ciment sur les résistances mécaniques en réalisant des essais à 28 jours sur l'ensemble des éprouvettes.

Les essais expérimentaux réalisés pour les différents pour les différents bétons confectionnés avec les différents paramètres pris en compte. Ces essais ont conduit à tracer des abaques qui facilitent le calcul des composants des bétons.

Les courbes obtenus ont permis d'établir des formules reliant les différents paramètres :

- relation entre l'affaissement A, la quantité de ciment et le rapport E/C :

$$E/C = ((2.9 A + 142)/C) - (0.002 A - 0.168)$$

- relation entre la résistance mécanique à la compression à 28 jours et le rapport (C/E)

$$f_{c28} = 28.6(C/E) - 17.8$$

avec : A en cm, E et C en Kg/m³

IV.2.3.2 Calcul de la composition du béton :

Pour pouvoir calculer la composition de notre béton, on a besoin :

- la consistance désirée est A= 8 cm Béton plastique
- deux fractions de graviers sont utilisées :
 - * gravier 3/8
 - * gravier 8/16

- le dosage en ciment est fixé à 350 Kg /m³.

Alors en utilisant les formules citées ci- dessus :

$$E/C = ((2.9 * 8 + 142) / 350) - (0.002 * 8 - 0.168)$$

—————→ E/C= 0.624

$$f_{c28} = 28.6(1/0.624) - 17.8$$

—————→ f_{c28} = 28 Mpa

En utilisant les abaques déjà fournis en haut, on obtiendra la composition du béton :

Sable (0/5): 712 kg/m³
Gravier (3/8): 364 kg/m³
Gravier (8/16) : 730 kg/m³
Ciment : 350 kg/m
Eau : 218 litres.

La masse volumique de notre béton est de **2374 Kg/m³**

Remarques :

* pour obtenir un béton satisfaisant, il faut calculer, estimer les proportions des matériaux disponibles et réaliser des gâchées d'essais. On peut ainsi vérifier les proportions et apporter les corrections nécessaires jusqu'à ce que l'on obtienne une formulation donnant entièrement satisfaction.

* on a utilisé les mêmes proportions de sable, gravier et du ciment pour la confection des différents bétons; on fait varié seulement la quantité d'eau utilisé pour le gâchage.

* Nous avons réalisé des essais d'affaissement au cône d'Abrams Slump Test (NF p18-451) pour chaque gâchée confectionné.

Les quatre types de bétons confectionnés ainsi que les affaissements mesurés sont récapitulés dans le tableau suivant :

Type de béton	Affaissement en cm
Béton ferme	3
Béton plastique	8
Béton très plastique	15
Béton plastique (adjuvante)	8

Tableau IV.12 : les affaissements des différents bétons confectionnés

IV.2.3.3 Essai de résistance:

Les essais de résistance sont mesurés sur des éprouvettes cubiques (10x10x10) cm³ qui sont confectionnés et vibrés ensuite conservés 24 heures dans le laboratoire. Après démoulage, les éprouvettes sont conservées soit à l'air ou dans l'eau (humidité relative à 100 %). Pour chaque type de béton, on a réalisé 04 éprouvettes qui nous permet de calculer la résistance moyenne.

Les essais de compression sont réalisés suivant la norme (NF P 18-406) : l'éprouvette étudiée est soumise à une charge croissante jusqu'à la rupture. La résistance à la compression est le rapport entre la charge de rupture et la section de l'éprouvette.

IV.2.3.4 Dispositif d'essai:

Les essais sont réalisés dans une machine d'essai qui se trouve au niveau du laboratoire de recherche. Cette machine est une presse hydraulique de force et de dimension appropriée à l'éprouvette à tester et répondant aux normes (NF P 18-411) et (NF P 18-412). La mise en charge est effectuée à raison de 0.5 Mpa/S.



Figure IV.2 : Dispositif d'essai de compression et du module d'élasticité
– laboratoire de géomatériaux de MSILA -

IV.2.3.5 L'essai de compression et dispersion des résultats :

Même lorsque les éprouvettes ont été réalisées en laboratoire, les résultats des essais de résistance du béton présentent une certaine dispersion.

Une dispersion exagérée des résultats ne permet pas de juger de la qualité du béton d'une manière suffisante.

La dispersion des résultats peut provenir du laboratoire lui – même, due en partie, à la fabrication et, en partie à l'essai lui – même. Cette dispersion augmente lorsque l'on passe du laboratoire au chantier ou elle peut atteindre 15 à 18 % sur une même gâchée. Si on passe d'une gâchée à l'autre, la dispersion augmente encore. On peut donner les écarts acceptés suivants [16] :

- Ecart entre les gâchées du même chantier : 20 à 25 %
- Ecart entre les cubes du même gâchées sur : 12 à 15 %
- Ecart entre les cubes du même gâchées au laboratoire : 5 à 6 %
- Ecart du à l'essai proprement dit : 6 à 8 %

Des études ont permis de constater que non seulement la dispersion d'une gâchée à l'autre est importante mais que, à la sortie d'une même bétonnière, la composition peut être variable d'un endroit à un autre ; ceci permet de contrôler l'efficacité d'une bétonnière, l'importance de l'ordre d'introduction des agrégats et du temps de malaxage [16].

La deuxième cause de dispersion réside dans le moulage des cubes de béton destinés aux essais. Les conditions de vibration appliquées aux moules doivent être toujours constantes et déterminées en fréquence et en durée.

Pendant l'essai proprement dit. Il faut que les charges soient uniformément réparties sur les faces. Les faces non planes influencent considérablement les résultats même si l'on interpose des cartons, comme il est spécifié dans les normes.

Un dernier problème qui est la mise en charge. Les résistances augmentent quand la vitesse de changement augmente. Il paraît donc nécessaire d'appliquer une vitesse de mise en charge uniforme et bien réglée.

IV.2.3.6 Écart type :

La dispersion de la résistance autour de la moyenne est fonction de l'écart type. L'écart type est défini comme suit :

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - m)^2}{n - 1}}$$

Où m : la moyenne arithmétique des résistances

$$m = \frac{\sum_i X_i}{n} = \frac{1}{N} \sum X_i$$

L'écart type est exprimé dans les mêmes unités que X_i , mais, pour des raisons pratiques, il est préférable d'exprimer la dispersion des résultats en pourcentage. On prend alors le rapport $(\sigma/m) * 100$, qui est appelé coefficient de variation.

IV.2.3.7 Déformation des bétons :

Sous l'effet du chargement P qui lui est appliqué, l'éprouvette de béton se déforme. La courbe représentative de la déformation relative du béton ϵ_r en fonction de la contrainte σ_c qui lui est appliquée représente un maximum, le pic de contrainte, qui définit la contrainte de rupture f_c puis une branche descendante.

L'allure de cette partie descendante de la courbe dépend de la manière dont est appliqué le chargement.

La déformation relative ϵ_d au pic de contrainte f_c est de l'ordre de 2 ‰; elle est croissante avec f_c .

IV.2.3.8 Module d'élasticité du béton :

Pour de petites déformations du béton, la courbe contrainte- déformation peut être assimilée à une droite. Il y a approximativement proportionnalité entre la contrainte σ_c et la déformation ε_c . Soit E_c ce coefficient de proportionnalité :

$$\sigma_c = E_c * \varepsilon_c$$

Le calcul du module d'élasticité du béton, consiste à tracer sur une courbe contrainte – déformation du béton une droite passant par l'origine et par le point de coordonnées (ε_c) et ($0.6 * f_c$). Le module d'élasticité est alors la pente de cette droite.

$$E_c = \frac{0.6 * f_c}{\varepsilon_c}$$

Pour mesurer le module d'élasticité de notre béton, nous avons réalisé des éprouvettes cubiques 15x15x15 cm³. Le capteur de déplacement est maintenu à l'éprouvette par deux tiges qui sont fixés une distance de 10 cm de l'un à l'autre. Le capteur est relié à un ordinateur qui enregistre les déformations. [37]

IV.2.3.9 Ordre de grandeur du module d'élasticité du béton :

Le projet d'Eurocode 2 et le BAEL.91 évaluent la valeur du module d'élasticité en fonction de la résistance caractéristique f_{ck} , comme suite :

$$E_{cm} = 9500 (f_{ck} + 8)^{1/3} \dots\dots\dots \text{Eurocode}$$

$$E_{cm} = 11000 (f_{ck})^{1/3} \dots\dots\dots \text{B A E L}$$

Dans ces relations E_{mc} et f_{ck} sont exprimés en Mpa.

Le schéma du dispositif de l'essai utilisé pour la mesure du module d'élasticité du béton est représenté ci-dessous.

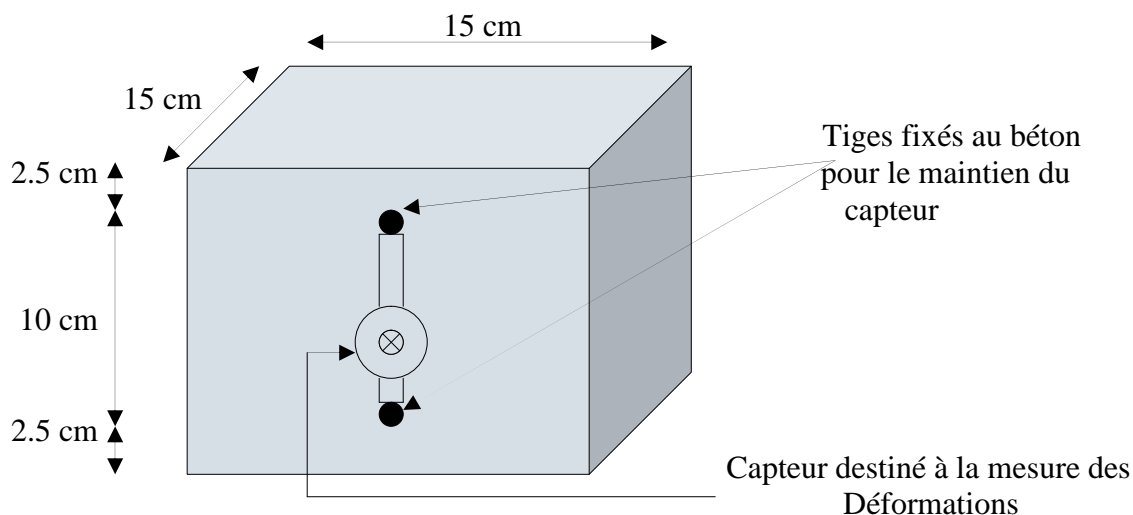


Figure IV.3: principe de la mesure du module d'élasticité (Eprouvette 15x15x15 cm³)

Le capteur est relié à un ordinateur qui enregistre les déformations dans le béton chaque 02 seconds en fonction de la contrainte appliquée.

IV.2.4 PRESENTATION DES RESULTATS :

Nous allons maintenant les différents résultats obtenus au laboratoire

IV.2.4.1 Résistance à la compression (MPa) :

IV.2.4.1.1 Béton conservé pendant 28 jours :

Type de béton	Eprouvettes				Résistance moyenne (Mpa)	Af cm	E/C	Ecart type	De dispersion
	04	03	02	01					
Béton + adjuvant conservé à l'eau	37.5	33.7	37.3	36.3	36.2	8	0.520	1.75	4.83
Béton ferme conservé à l'eau	32.6	33.6	32.8	33.5	33.1	3	0.540	0.50	1.51
Béton + Adjuvant conservé à l'air	27.3	29.8	31.9	27.4	29.1	8	0.520	2.20	7.56
Béton plastique conservé à l'eau	29.8	30.4	28.4	26.9	28.8	8	0.624	1.56	5.40
Béton ferme conservé à l'air	25.6	27.8	22.7	24.6	25.2	3	0.540	2.12	8.42
Béton très plastique conservé à l'eau	22.6	22.1	23.5	21.7	22.5	15	0.668	0.78	3.45
Béton plastique conservé à l'air	21.2	20.1	20.3	21.2	20.7	8	0.624	0.58	2.80
Béton très plastique conservé à l'air	13.7	12.9	13.4	11.7	12.9	15	0.668	0.88	6.81

Tableau IV.13 : Résistance à la compression du béton à 28 jours

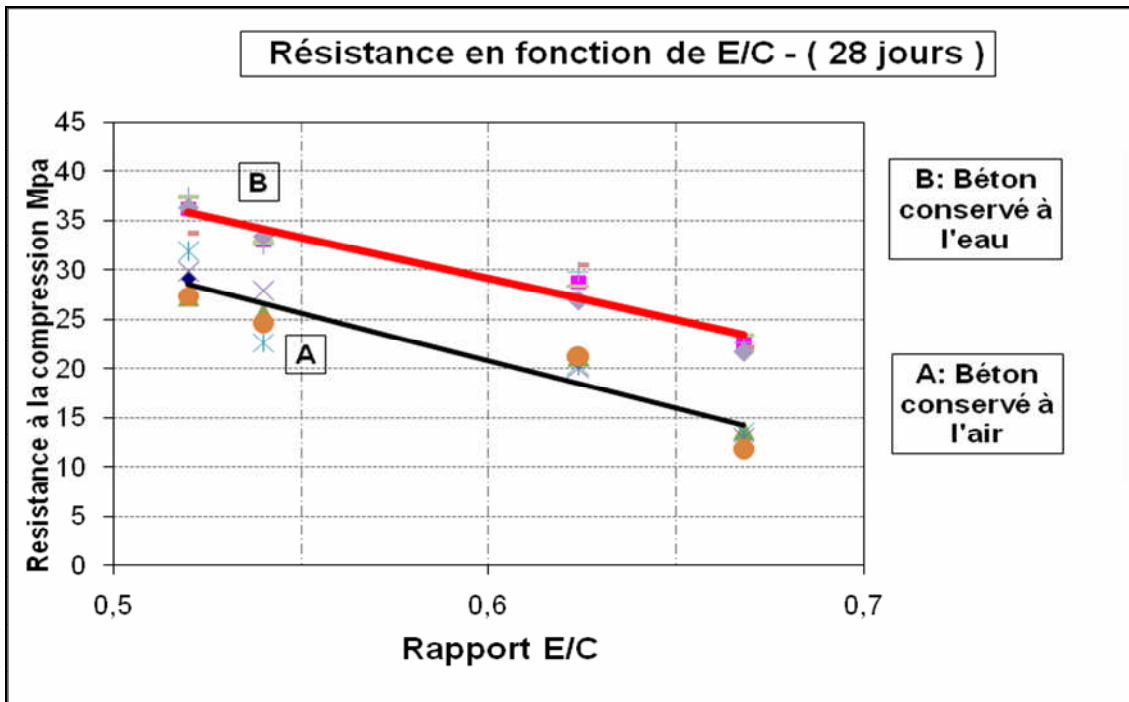


Figure IV.4: Représentation graphique de la Résistance à la compression du béton à 28 jours en fonction du rapport E/C

IV.2.4.1.2 Béton conservé pendant 90 jours :

Type de béton	Eprouvettes				Résistance moyenne (Mpa)	Af cm	E/C	Ecart type	De dispersion
	01	02	03	04					
Béton + adjuvant conservé à l'eau	39.3	42.9	45.9	38.4	41.6	8	0.520	3.46	8.29
Béton plastique conservé à l'eau	37.5	37.9	38.8	37.8	38	8	0.624	0.56	1.47
Béton très plastique conservé à l'eau	33.5	30.8	32.8	33.3	32.6	15	0.668	1.24	3.8
Béton + Adjuvant conservé à l'air	31.6	32.8	29.8	29.7	31	8	0.520	1.50	4.84
Béton plastique conservé à l'air	24.2	25.7	24.6	22.2	24.2	8	0.624	1.46	6.03
Béton très plastique conservé à l'air	22.8	22.2	23.2	22.5	22.7	15	0.668	0.43	1.89

Tableau IV.14 : Résistance à la compression du béton à 90 jours

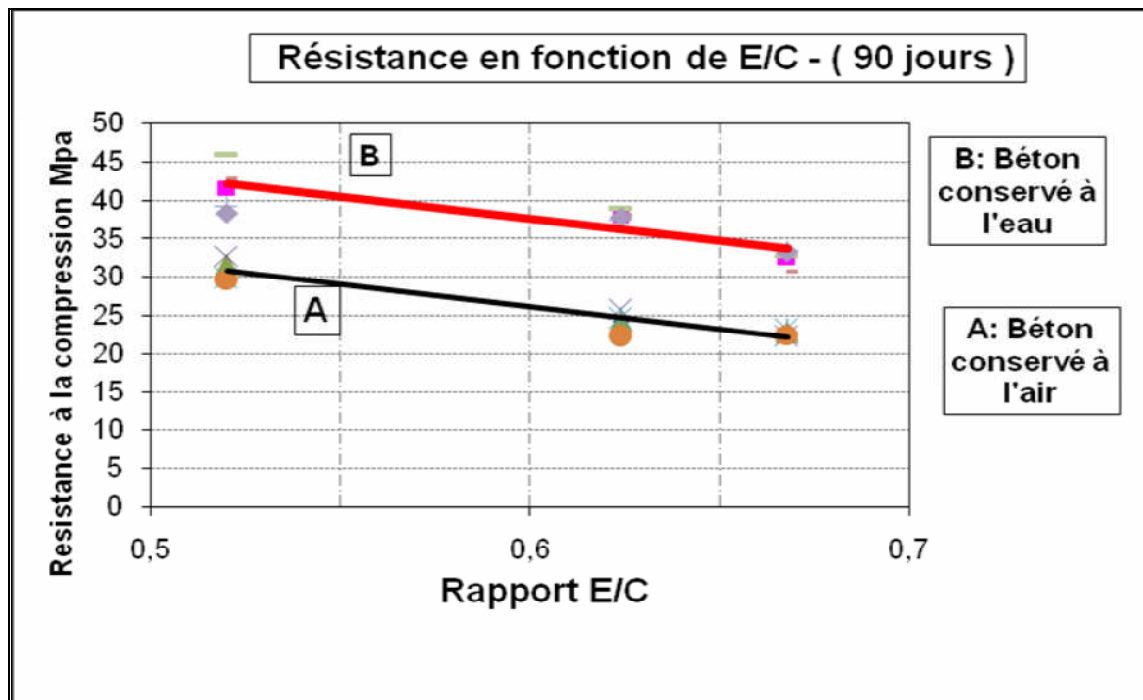


Figure IV.5 : Représentation graphique de la Résistance à la compression du béton à 28 jours en fonction du rapport E/C

IV.2.4.2 Module d'élasticité (MPa) :

IV.2.4.2.1 Béton conservé pendant 28 jours :

Type de béton	Af cm	E/C	Module d'élasticité du béton écrasé à 28 jours Mpa
Béton ferme conservé à l'eau	3	0.540	30090
Béton plastique conservé à l'eau	8	0.624	28327
Béton + adjuvant conservé à l'eau	8	0.520	27493
Béton + adjuvant conservé à l'air	8	0.520	23917
Béton très plastique conservé à l'eau	15	0.668	22241
Béton ferme conservé à l'air	3	0.540	22235
Béton plastique conservé à l'air	8	0.624	19714
Béton très plastique conservé à l'air	15	0.668	10602

Tableau IV.15 : Module d'élasticité du béton à 28 jours

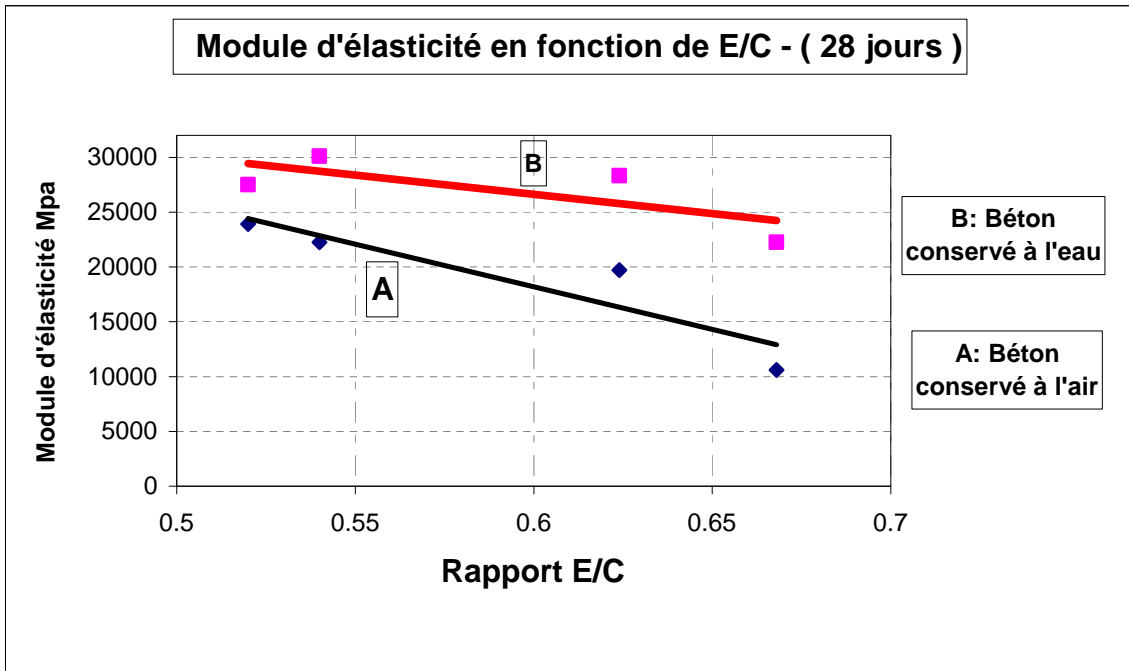


Figure IV.6 : Module d'élasticité à 28 jours

IV.2.4.2.2 Béton conservé pendant 90 jours :

Type de béton	Module d'élasticité du béton à 90 jours écrasé Mpa
Béton plastique conservé à l'eau	31068
Béton très plastique conservé à l'eau	31047
Béton + adjuvant conservé à l'eau	29045
Béton + adjuvant conservé à l'air	21679
Béton plastique conservé à l'air	21352
Béton très plastique conservé à l'air	19183

Tableau IV.16 : Module d'élasticité du béton à 90 jours

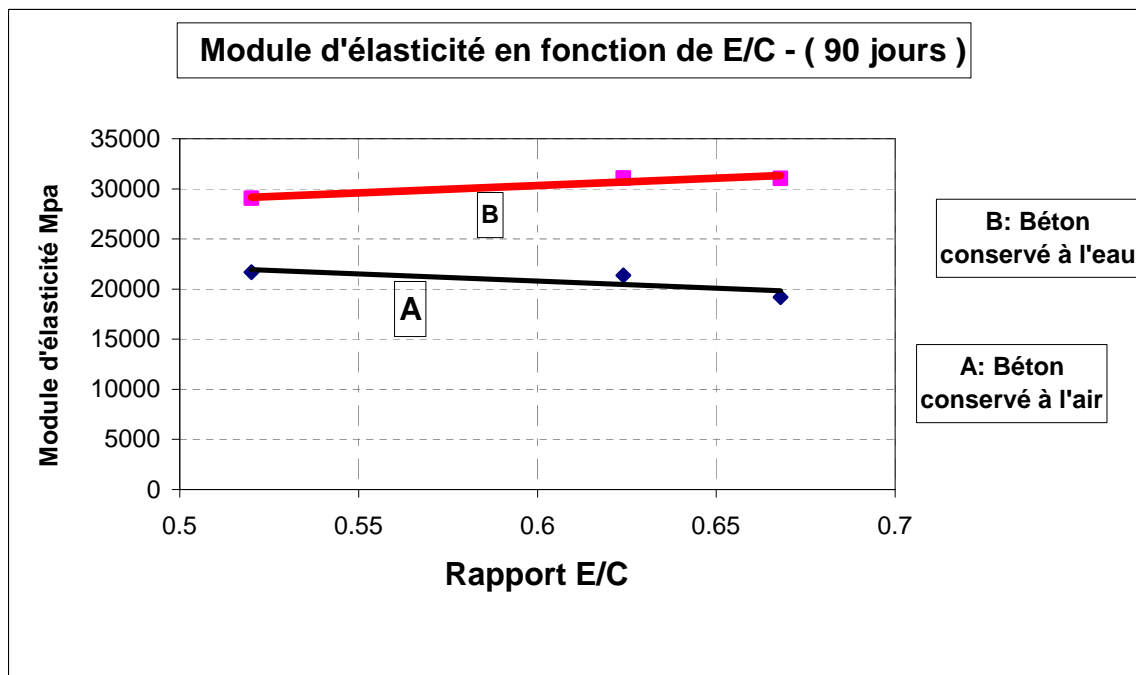


Figure IV.7 : Module d'élasticité à 90 jours

IV.2.4.3 Discussion des résultats obtenus :

IV.2.4.3.1 Résistance du béton:

D'après les résultats obtenus et représentés sur le tableau I.4 et I.5, on peut déduire que :

1/ - la résistance diminue avec l'augmentation du rapport E/C quelque soit le mode de conservation du béton.

La résistance du béton est en relation directe avec la porosité de la pâte de ciment. Cette porosité résulte principalement du rapport E/C, ainsi la résistance à la compression est reliée directement au rapport E/C.

La résistance est d'autant plus élevée que le rapport E/C diminue cela est dû principalement à une manque de formation de silicate de calcium hydraté qui forme « une colle » et qui participe le plus au développement de la résistance.

A partir d'une quantité d'eau qui est nécessaire à l'hydratation du ciment. L'excédent d'eau dans le béton causé par une quantité importante d'eau de gâchage, cette excès donne lieu à la formation de pores capillaires relativement grands et qui se relient en réseau. Il y a un surplus d'eau qu'il n'en faut pour hydrater complètement le ciment. Après que tout le ciment soit hydraté, le surplus d'eau restera dans les pores capillaires (eau libre).

2/ - la résistance du béton conservé à l'eau est bien meilleur que celui qui a été conservé à l'air.

Une conservation à l'air libre du béton sous une température ambiante élevée, une humidité faible, le vent ainsi qu'un rayonnement solaire élevé conduit à une accélération de la vitesse de durcissement conduisant ainsi à une hydratation plus rapide qui est la cause d'une

prise plus rapide influant ainsi les caractéristiques du béton et donnent une résistance faible à long terme.

Le béton qui a perdu son eau par évaporation, sa résistance était considérablement réduite. Le béton est bénéficié d'être conservé à l'eau pendant la période d'hydratation du ciment c'est-à-dire qu'il n'ya plus de départ d'eau, qui empêche l'hydratation du ciment de ce poursuivre. Par contre, le béton conservé à l'air, perd son eau pendant la période de l'hydratation ce qui empêche l'hydratation de ce continuer, ceci laisse dire que la quantité des hydrates formées sera très faible ce qui influe sur la structure interne du béton.

3/ - L'utilisation d'un adjuvant réducteur d'eau a permet l'obtention d'un béton de meilleur résistance à la compression que ce soit conservé à l'eau ou à l'air. Ce qui explique bien l'influence du rapport E/C sur la résistance.

4/ - Les résistances des bétons à 28 jours sont nettement supérieures à ceux obtenues à 28 jours : la résistance du béton à 28 jours ne représente que 90% à peu près de la résistance final du béton.

IV.2.4.3.2 Module d'élasticité :

D'après les résultats représentés sur les figures I.6 et I.7, on peut tirer les conclusions suivantes :

* essais à 28 jours :

1- le module d'élasticité diminue avec l'augmentation du rapport E/C .

2- les bétons conservés à l'eau donnent des modules d'élasticités supérieurs que ceux qui ont été conservé à l'air.

* essais à 90 jours :

1- pour les essais réalisés à 90 jours, on remarque que le rapport E/C n'a pas une d grande influence sur le module d'élasticité, par contre le mode de conservation reste un paramètre influant sur le module d'élasticité du béton.

Le module d'élasticité d'un béton adjuvante est un peu faible malgré que sa résistance est faible et cela est dû du faite que l'adjuvant rend le comportement du béton plus raide : il y a une augmentation rapide de la déformation en fonction des charges appliquées par rapport à un béton non adjuvante.

**IV.3 Influence d'une conservation à l'extérieur sur
la perméabilité à l'eau du béton ;
comparaison avec une cure standard à 20 °C**

IV.3.1 INTRODUCTION :

La détérioration du béton est souvent reliée au transport des matières dans la structure poreuse de la pâte de ciment durcie. Les risques de corrosion des armatures, de problèmes de gel, d'attaques par les sulfates, par exemple, sont augmentés par une forte perméabilité.

Dans le but d'évaluer la perméabilité à l'eau du béton et de caractériser l'interaction entre les paramètres influençant cette perméabilité. En particulier, l'évolution de la perméabilité du béton sous une température élevée, les effets de l'augmentation du rapport E/C et de l'incorporation d'un adjuvant réducteur d'eau. Nous avons élaboré une nouvelle méthode de mesure de la perméabilité à l'eau du béton sous un gradient de pression.

**IV.3.2 ELABORATION D'UNE NOUVELLE METHODE POUR LA
DETERMINATION DE LA PERMEABILITE A L'EAU DU BETON :**

Pour pouvoir réaliser les essais de perméabilité, nous avons réalisé des éprouvettes cylindriques de 16 cm de diamètre et de 14 cm de hauteur avec un trou de 8 cm de diamètre qui traverse l'éprouvette dans toute sa hauteur.

La forme de l'éprouvette permet l'entrée de l'eau à l'intérieur du trou. L'eau sous pression traverse la surface interne latérale de l'éprouvette (π.D.H) avec : D= 8 cm et H = 14 cm. L'épaisseur du béton qui reçoit l'eau en pression est de 4 cm. (figure VI.9).

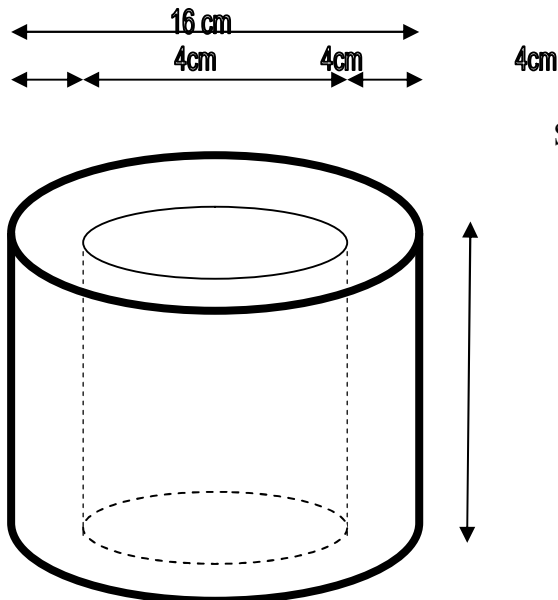


Figure IV.8 : éprouvette d'essai de perméabilité

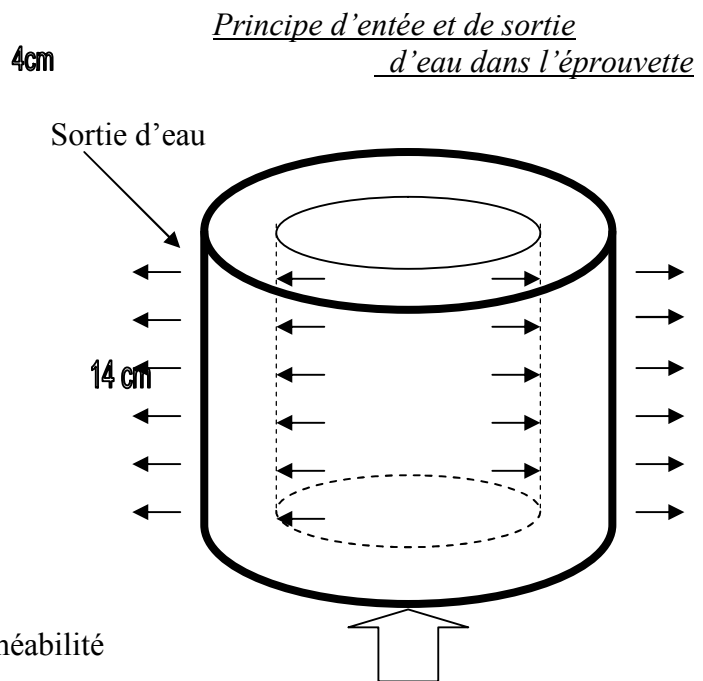


Figure IV.9 : Entrée d'eau par pression

IV.3.3 DISPOSITIF DE L'ESSAI :

La perméamètre utilisée est un appareil de mesure de débit de l'eau traversant une éprouvette cylindrique de béton. Le perméamètre est schématisé dans la figure IV.10. Ces composants sont :

- Une table qui contient les trois emplacements des éprouvettes avec un système de fixation pour chacune et des joints de haut et en bas.
- Un régulateur de pression.
- Trois cellules graduées de capacité 1000 ml pour la mise en place de l'eau.
- conduite d'eau et d'air en pression.
- compresseur à air de capacité de 10 bars.



Figure IV.10 : Perméamètre à l'eau (Laboratoire de développement des géomatériaux)



Figure IV.11 : éprouvette confectionnées



Figure IV.12 : Mise en place de L'éprouvette dans l'appareil

IV.3.4 DESCRIPTION GENERALE DE L'ESSAI :

Pour réaliser les essais de perméabilité, nous allons suivre les étapes suivantes :

- Remplissage des cellules avec de l'eau.
- Mise en place des éprouvettes et des joints et serrage de l'ensemble.
- Assurer le non dégagement de l'air et de l'eau en Vérifiant l'étanchéité de l'ensemble.
- Ouverture des robinets des cellules pour permettre l'écoulement d'eau.
- Ouverture des robinets de pression de l'air.
- Laisser l'ensemble quelque temps jusqu'à ce que l'eau stabilise dans les cellules.
- Marquer le niveau de l'eau atteint après stabilisation dans chaque cellule.
- Suivre le niveau de l'eau dans les cellules et marqué le niveau atteint de l'eau.
- Après la fin de l'essai, on calcul le volume total de l'eau absorbé pour chaque éprouvette. En utilisant la loi de DARCY et en connaissant les dimensions de l'éprouvette et temps total de l'essai en seconds, on peut déterminer le coefficient de perméabilité.
- avant la mise en place dans l'appareil ; les éprouvettes doivent être nettoyées par l'intérieur par un chiffon et posées dans l'eau pendant quelque minutes pour qu'ils soient saturées d'eau. Cette procédure nous permet d'arriver plus rapidement à la stabilité de l'eau dans les cellules et économise une partie importante de l'eau des cellules au début de l'essai.

IV.3.5 CALCUL DE LA PERMEABILITE :

Le but de l'essai de perméabilité est de déterminer le temps d'écoulement d'un volume de l'eau délimité par les graduations des cellules.

La vitesse de l'écoulement est déterminée par le calcul du rapport entre le volume d'eau écoulé et le temps d'écoulement.

la perméabilité est déterminée par la loi de DARCY :

$$Q = A . K . i$$

Avec :

Q : le volume d'eau par unité de temps (débit volumique m³/s)

A : section traversée par l'eau = $\pi . D . H$ (D = 8 cm, H = 14 cm)

K : coefficient de perméabilité

i: gradient hydraulique à travers le spécimen (m/m)

$i =$ (la pression à l'intérieur de L'éprouvette - la pression à l'extérieur)/ épaisseur du béton

- La pression à l'extérieur est équivalente à la pression atmosphérique. Elle est prise égale à 101.3 Kpa, elle peut être exprimée comme un équivalent d'une colonne d'eau de hauteur de 10.34m.

- la pression à l'intérieur est prise égale à 0.5 Mpa (5 bars). Elle peut être exprimée comme suite :

$$((0.5 \times 1000) \text{ Kpa} / 101.3 \text{ Kpa}) \times 10.34 \text{ m} = 51.0163 \text{ m}$$

Alors :

$$i = (51.0163 - 10.34) / 0.04 = 1016.91$$

IV.3.6 PRESENTATION DU PROJET EXPERIMENTAL :

Pour évaluer la perméabilité du béton soumis à l'action des effets climatiques (élévation de température), nous avons réalisé des éprouvettes cylindriques de 16 cm de diamètre et 14 cm de hauteur.

La gâchée est coulée et vibrée dans des moules cylindriques (16 cm de diamètre et 32 cm de hauteur). Les moules une fois remplis, sont entreposés 24 heures avant d'être démoulé, numéroté et conservés soit à l'air ou dans l'eau pendant 28 jours ou 90 jours de cure :

- Une série d'éprouvettes complètement immergées dans un bac d'eau (100 % d'humidité) à l'intérieur de laboratoire (température 20°C).
- Une 2^{ème} série d'éprouvettes conservées à l'air sous une température qui varie de 20 °C la nuit à 50 °C le jour (l'humidité 15 % à 50 %).
- Les cylindres (16cm x 32cm) sont ensuite coupés en demi cylindres de dimension (16 cm de diamètre et 14 cm de hauteur) pour réaliser les essais.

La conservation à l'air et à l'eau sert à pouvoir faire la comparaison et voir l'influence du milieu de conservation sur la qualité du béton.

Nous avons réalisé 04 types de bétons en variant la quantité d'eau de gâchage et en utilisant un adjuvant réducteur d'eau.

Le tableau IV.17 récapitule l'ensemble des éprouvettes confectionnées et les différents paramètres pris en compte.

Type de béton	Nombre d'éprouvettes	Mode de conservation	E/C	Essais réalisé à T (jours)
Béton ferme	3	l'eau	0.540	28 JOURS
Béton ferme	3	l'air		
Béton plastique	3	l'eau	0.624	
Béton plastique	3	l'air		
Béton très plastique	3	l'eau	0.668	
Béton très plastique	3	l'air		
Béton plastique (adjuvante)	3	l'eau	0.520	
Béton plastique (adjuvante)	3	l'air		
Béton plastique	3	l'eau	0.624	90 JOURS
Béton plastique	3	l'air		
Béton très plastique	3	l'air	0.668	
Béton plastique (adjuvante)	3	l'eau	0.520	

Tableau IV.17 : éprouvettes confectionnées pour les essais de perméabilité et mode de conservation.

IV.3.7 COMPOSITION DU BETON UTILISE :

Le béton utilisé à la même composition que celui utilisé pour la confection des éprouvettes cubiques destinées à l'étude de l'influence des effets climatiques sur la résistance du béton. Il est composé comme suite :

- **Sable (0/5) : 712 kg/m³**
- **Gravier (3/8) : 364 kg/m³**
- **Gravier (8/16) : 730 kg/m³**
- **Ciment : 350 kg/m³**
- **Eau : 218 kg/m³.**

Pour la confection des différents bétons, on joue seulement sur la quantité d'eau :

- soit on ajoute une quantité d'eau pour avoir un béton très plastique.
- soit on réduit une quantité d'eau pour avoir un béton ferme.

Remarques :

- L'utilisation d'un adjuvant réducteur d'eau nous à permet de réduire la quantité d'eau de 15 %.
- les pressions appliquées pendant les essais de perméabilité sont récapitulés dans le tableaux IV.18 :

Type de béton	Mode de conservation	Pression appliquée en (bars)	Essais réalisé à T (jours)
Béton plastique	A l'eau	4.00	28 jours
Béton très plastique			
Béton plastique (adjuvante)			
Béton ferme			
Béton plastique	A l'air	2.00	
Béton très plastique			
Béton plastique (adjuvante)			
Béton ferme			
Béton plastique	A l'eau	5.00	90 jours
Béton plastique (adjuvante)			
Béton plastique	A l'air	2.50	
Béton très plastique			

Tableau IV.18 : les valeurs de la pression appliquée pendant L'essai de perméabilité

- la lecture de la quantité d'eau écoulee dans l'éprouvette est effectuée chaque 08 heures.
- On arrête l'essai lorsqu'on aperçoit que l'eau cesse de s'écouler dans l'éprouvette; on note alors le volume total d'eau écoulé et temps total, (dans le cas des éprouvettes conservées dans l'eau).
- Dans le cas des éprouvettes conservées dans l'air, l'essai sera arrêté lorsque toute l'eau qui existe au niveau des cellules sort à travers les éprouvettes par l'extérieur.

IV.3.8 RESULTATS OBTENUS :

IV.3.8.1 Béton conservé pendant 28 jours :

Type de béton	Af cm	E/C	Perméabilité du béton conservé pendant 28 jours) M/S x 10 ⁻¹⁴
Béton très plastique conservé à l'air	15	0.668	373
Béton ferme conservé à l'air	3	0.54	349
Béton plastique conservé à l'air	8	0.624	287
Béton + adjuvant conservé à l'air	8	0.52	179
Béton très plastique conservé à l'eau	15	0.668	0.65
Béton plastique conservé à l'eau	8	0.624	0.57
Béton + adjuvant conservé à l'eau	8	0.52	0.16
Béton ferme conservé à l'eau	3	0.54	0.14

Tableau IV.19 : coefficients du perméabilité à 28 jours

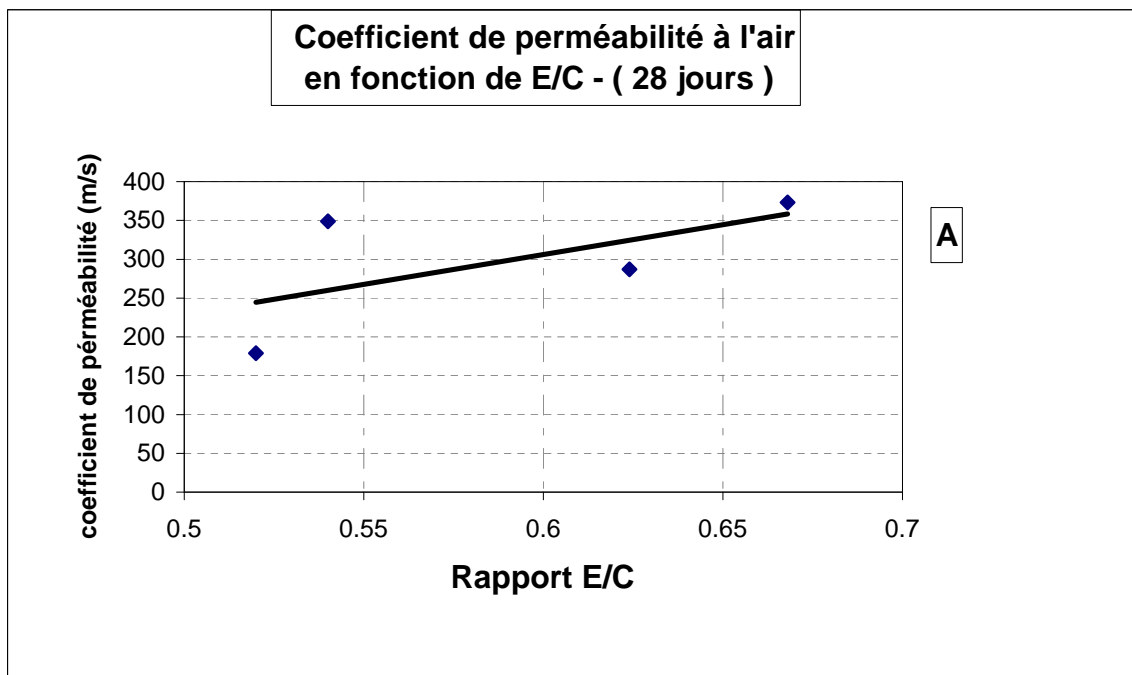


Figure IV.13 : Coefficients de la perméabilité à l'air à 28 jours en fonction de E/C

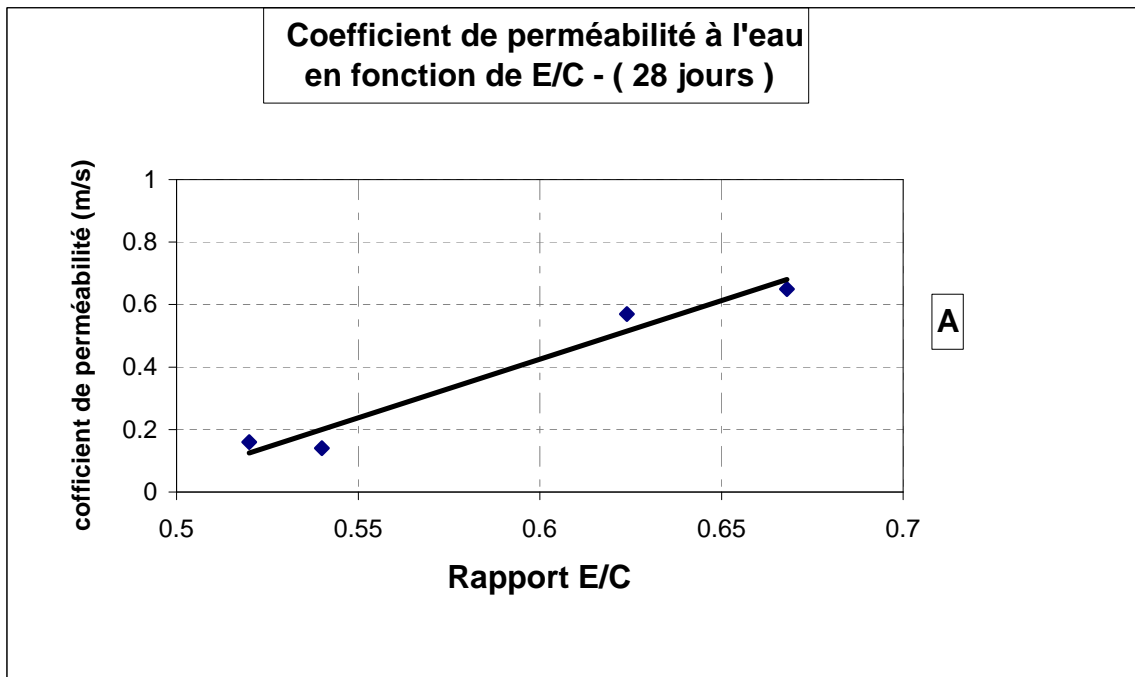


Figure IV.14 : Coefficients de la perméabilité à l'eau à 28 jours en fonction de E/C

IV.3.8.2 Béton conservé pendant 90 jours :

Type de béton	Perméabilité du béton conserve pendant 90 jours M/S x 10 ⁻¹⁴
Béton très plastique conservé à l'air	113,70
Béton plastique conservé à l'air	35,20
Béton très plastique conservé à l'eau	1,40
Béton + adjuvant conservé à l'eau	0,17

Tableau IV.20 : coefficients de la perméabilité à 90 jours

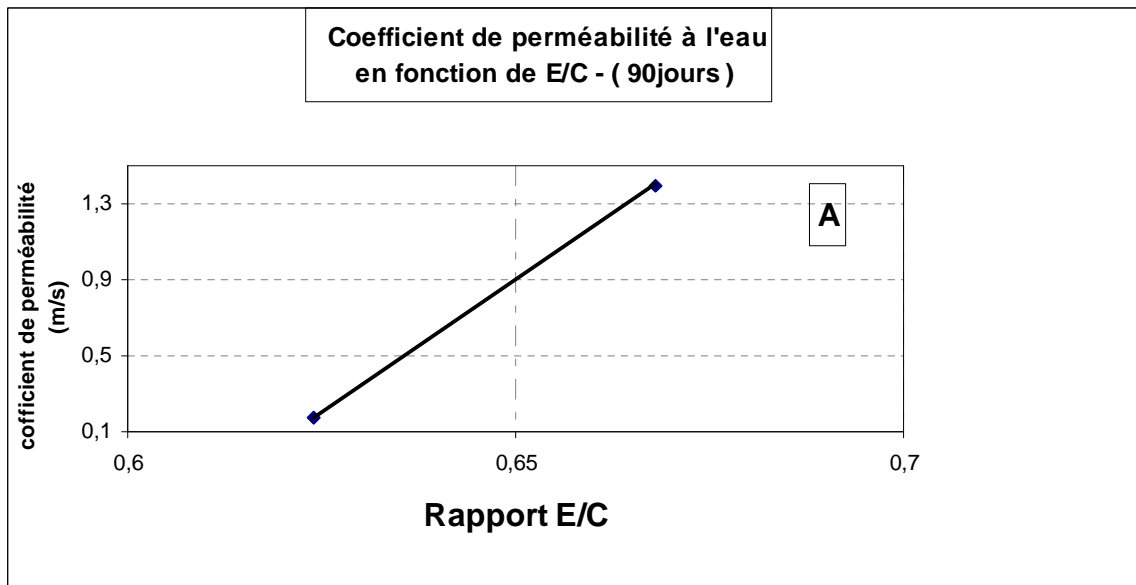


Figure IV.15 : coefficient de la perméabilité à l'eau à 90 jours en fonction de E/C

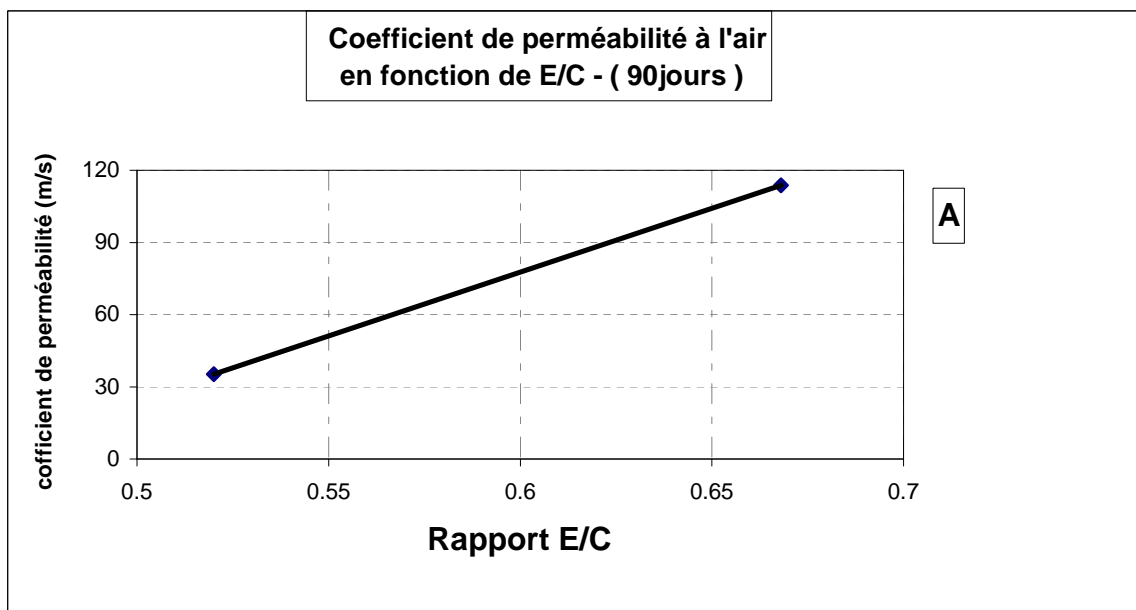


Figure IV.16 : coefficient de la perméabilité à l'air à 90 jours en fonction de E/C



Figure IV.17 : Photos présentant la sortie de l'eau latéralement de l'éprouvette sous l'effet de l'eau en pression

IV.3.8.3 Relation entre la résistance à la compression et la perméabilité à l'eau à 28 jours :

IV.3.8.3.1 Béton conservé à l'eau :

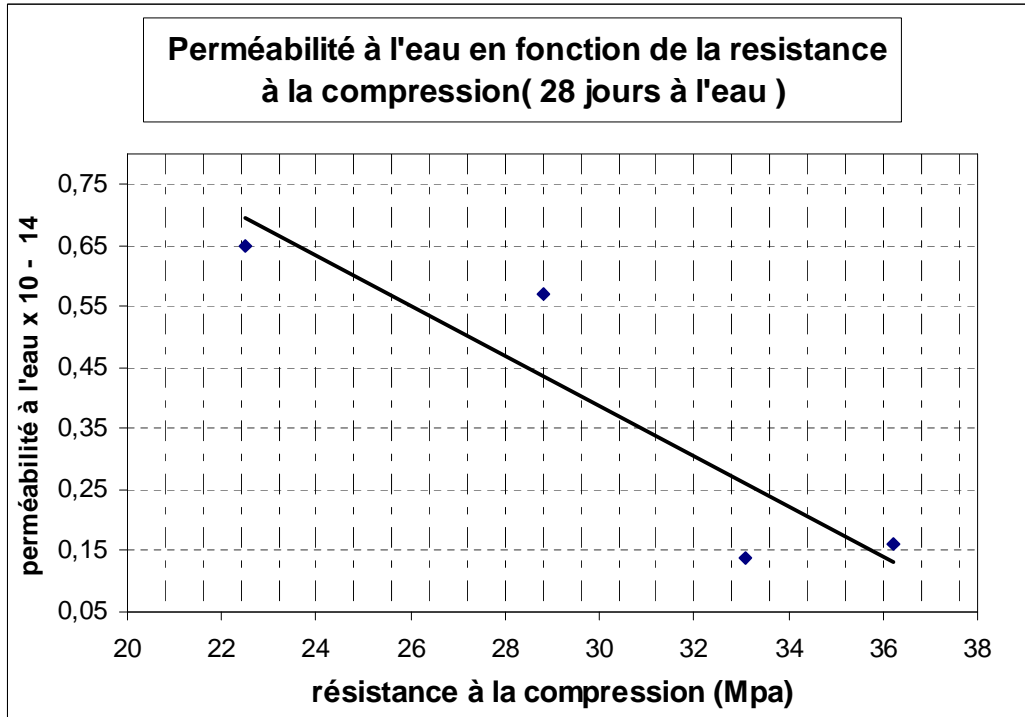


Figure IV.18 : relation entre la perméabilité et la résistance à 28 jours (Béton conservé à l'eau)

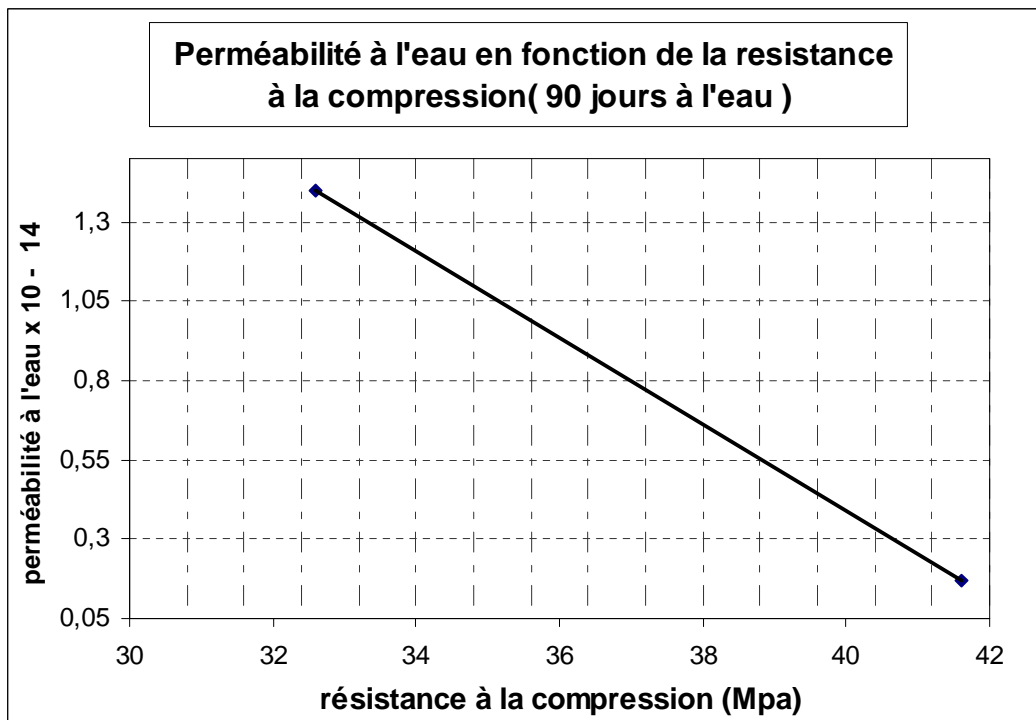


Figure IV.19 : relation entre la perméabilité et la résistance à 90 jours (Béton conservé à l'eau)

IV.3.8.3 .2 Béton conservé à l'air:

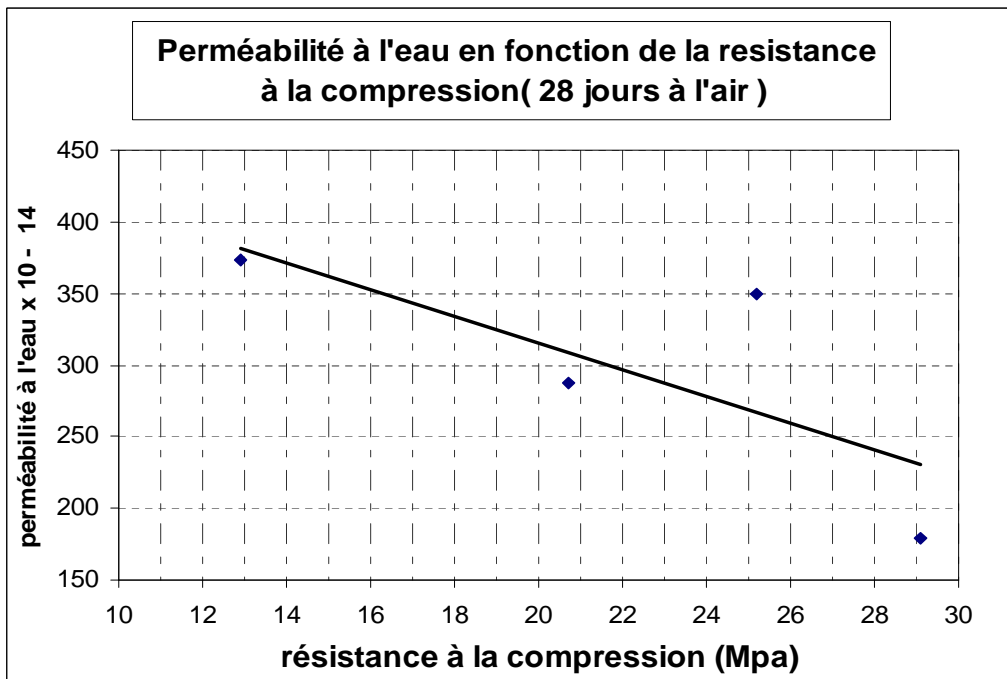


Figure IV.20 : relation entre la perméabilité et la résistance à 28 jours
(Béton conservé à l'air)

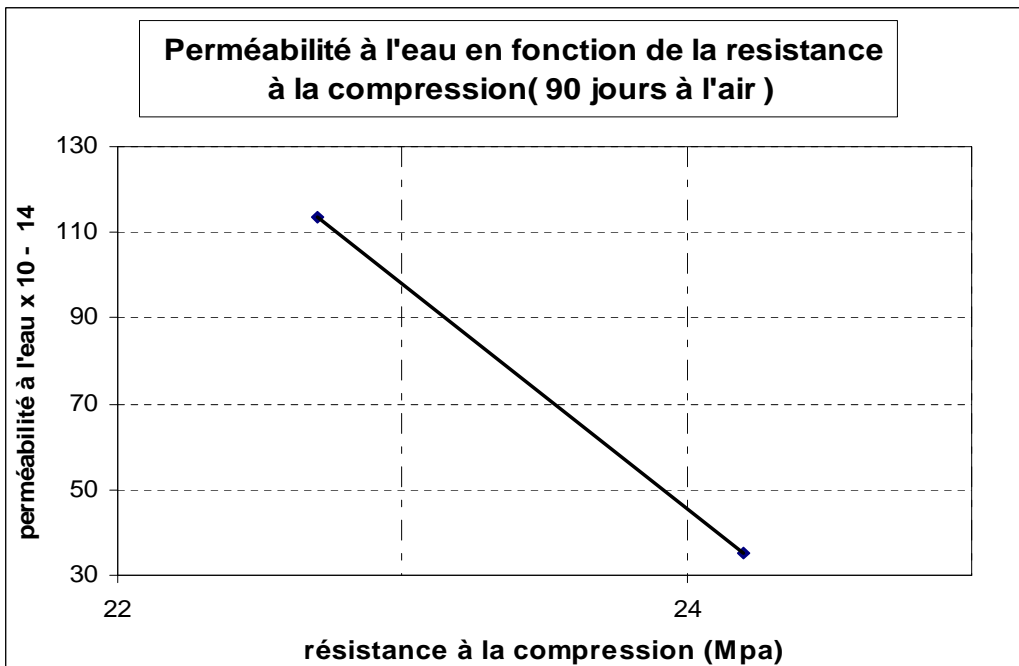


Figure IV.21 : relation entre la perméabilité et la résistance à 90 jours
(Béton conservé à l'air)

IV.3.9 DISCUSSION DES RESULTATS OBTENIS

D'après les résultats obtenus et représentés sur le tableau II.6 à II.9, on peut déduire que :

1/ - La perméabilité du béton augmente avec l'augmentation du rapport E/C.

Le rapport E/C exerce une grande influence sur la porosité et la perméabilité du béton, il gouverne directement l'espace initial entre les grains. Plus le rapport E/C est faible, plus initialement les grains de ciment sont rapprochés les uns des autres et il y a moins de chance d'avoir un grand vide entre les grains ne pouvant pas d'être remplis par les hydrates.

Le transfert de l'eau dans le béton se traduit par l'intermédiaire de pores et d'un réseau de fissures qui se forme et augmente en fonction du rapport E/C .

2/ - la perméabilité du béton à l'eau est considérablement plus faible qu'un béton conservé à l'air.

Ce phénomène est dû essentiellement par le fait que le béton a bénéficié d'être conservé à l'eau pendant la période d'hydratation c'est-à-dire qu'il n'y a plus de départ d'eau, qui empêche l'hydratation du ciment de poursuivre. Par contre, le béton conservé à l'air, perd de son eau pendant la période de l'hydratation ce qui empêche l'hydratation de se continuer, ceci est expliqué par le fait que la quantité des hydrates est faible ce qui influe sur la structure interne du béton.

3/-L'utilisation d'un adjuvant réducteur d'eau réduit considérablement la perméabilité du béton et on peut voir clairement que la perméabilité diminue en réduisant le rapport E/C pour un béton conservé à l'eau ou à l'air.

4/- D'après les figures IV.18, IV.19, IV.20 et IV.21. On peut conclure qu'il y a une relation très nette entre la perméabilité et la résistance à la compression : La perméabilité à l'eau et à l'air du béton diminue rapidement avec l'augmentation de la résistance.

IV.4 Etude de la dégradation du béton sous l'effet de solutions de sulfates par diffraction à rayon X

IV.4.1 INTRODUCTION :

L'objectif de cette étude est de détecter la dégradation des éprouvettes de mortier confectionnées à base de ciment CPJ, conservé dans des solutions de sulfate de magnésium, de calcium, d'ammonium et de l'acide sulfurique. Une analyse aux rayons X a permis de mettre en évidence l'apparition de phases cristallines au niveau de la surface des échantillons exposés aux sulfates (étringite, gypse).

Les causes de dégradations de plusieurs ouvrages (barrages, ponts,...) sont généralement dues à des réactions pathologiques principalement à des réactions sulfatiques. Les sulfates sont présents naturellement dans les sols, surtout dans les régions qui contiennent du gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ telles que le sud et l'ouest de l'Algérie. Les eaux souterraines et les eaux d'infiltration peuvent contenir des sulfates par le contact direct avec des sols sulfatés ou par la pollution des environnements industriels.

IV.4.2 MECANISME DE L'ATTAQUE PAR LES SULFATES :

Le ciment est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux CaO avec les silicates SiO_2 , l'alumine Al_2O_3 et l'oxyde de fer Fe_2O_3 . Après chauffage dans un four, on obtient les silicates bi- et tri- calciques (C_2S et C_3S), les aluminates C_3A et les aluminoferrites de chaux C_4AF .

Les silicates (surtout C_2S et C_3S) par réaction avec l'eau donnent le silicate de calcium hydraté C-S-H et de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

L'attaque du béton par les sulfates résulte d'une réaction chimique qui se produit en présence d'eau entre l'ion sulfate et les aluminates, la portlandite qui sont les deux produits sensibles à l'attaque par les sulfates. Les produits qui résultent de ces réactions sont l'hydrate de sulfoaluminate de calcium communément appelé **étringite** et l'hydrate de calcium mieux connu sous le nom de **gypse**.

La formation de l'étringite peut schématiquement se résumer comme suite :

- Formation du gypse qui résulte d'une substitution entre la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et les sulfates.
- Puis réaction entre le gypse et les aluminates de calcium pour former de l'étringite qui est nocive pour le béton car provoquant des gonflements.

IV.4.3 SOURCES DES SULFATES :

Les sulfates peuvent être d'origine naturelle, biologique ou provenir de pollution domestique et industrielle. Dans certaines régions où les sols contiennent du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ou de l'anhydrite (CaSO_4), on peut rencontrer des concentrations élevées.

Les sols alluviaux ou argileux peuvent aussi contenir des pyrites qui s'oxydent en sulfates au contact de l'air et d'humidité avec formation d'acide sulfurique.

Les sulfates peuvent aussi provenir de la décomposition biologique aérobie de substances organiques contenant du soufre (engrais, plantes).

Les sources de sulfates peuvent aussi être internes :

- contamination des granulats par du plâtre,
- granulats gypseux,
- sulfures dans certains granulats.

Ainsi, dans les sols souterrains, les concentrations plus élevées en sulfates sont généralement dues à la présence de sulfate de magnésium ($MgSO_4$) ou de sulfates alcalins (K_2SO_4 - Na_2SO_4). Les sulfates d'ammonium $(NH_4)_2 SO_4$ se retrouvent fréquemment dans les sols et les eaux en milieux agraires. Les effluents des fours utilisant des combustibles riches en soufre et les effluents des industries chimiques peuvent contenir de l'acide sulfurique. La composition des matières organiques dans les égouts peu conduire à la formation de gaz (H_2S) qui peuvent être transformé en acide sulfurique par l'activité bactérienne.

Généralement, les conséquences d'une réaction sulfatique sont d'ordre macroscopique en particulier d'ordre mécanique telles que chute de résistance, fissuration et expansion. Ce type de dégradation qui est à plus ou moins long terme est fonction de l'attaque (teneur ou concentration des sulfates en contact) et du type de ciment utilisé.

La norme ACI (1997) [1] apprécie le degré d'agression des sulfates en fonction de leurs concentrations dans les eaux souterraines et dans le sol. Elle estime que l'agression est d'autant plus sévère que le taux de concentration dépasse les 10000.ppm dans les eaux souterraines et 2% dans les sols (tableau IV.21).

Catégorie de l'agression	Concentration en sulfate SO_4	
	Dans les eaux souterraines (en ppm)	Dans le sol (en %)
Négligeable	<150	<0.1
Modéré	150 – 1500	0.10 – 0.20
Sévère	1500 – 10000	0.20 -2.00
Très sévère	> 10000	> 2.00

Tableau IV.21 : Types et concentration d'agression

IV.4.4 MATIERE AMORPHE :

Un composé amorphe est un composé dans lequel les atomes ne respectent aucun ordre à moyenne et grande distance, ce qui le distingue des composés cristallisés. Les verres, les élastomères et les liquides sont des composés amorphes. La diffraction sur poudres pour un cristal donne lieu à des pics de diffraction localisés spatialement alors qu'un un composé amorphe produit de larges bosses

IV.4.5 PLAN EXPERIMENTAL :

IV.4.5.1 Composition du mortier:

Les éprouvettes destinées aux essais chimiques sont extraites de prismes 4x4x16 cm de mortier dont la composition est la suivante :

- Sable 1350 g
- Ciment 450 g
- Eau =248 g

Le sable utilisé pour la confection des mortiers est un sable de Oued de Boussaâda avec un rapport E/C =0.50 et un rapport agrégat/ciment égale à 3.

IV.4.5.2 Cure du mortier:

La durée de cure est un facteur très important pour la durabilité. Pour les éprouvettes de mortier, elles sont directement conservées après coulage dans à l'intérieur du laboratoire à une température vers 20 °C, pour une période de 24 heures.

Les éprouvettes sont ensuite mûrifié 7 jours (20°C, HS) puis stockées 28 jours à l'atmosphère ambiante à l'intérieur du laboratoire (20°C, 60 % HR), ils sont ensuite immergés dans les solutions agressives pendant 2 mois. Après ces délais les éprouvettes sont conservées à l'atmosphère ambiante pendant 2 mois

IV.4.5.3 Milieux agressifs de traitement :

Dans le but d'accélérer le phénomène de la dégradation des éprouvettes de mortier sous l'action de sulfates, on a utilisé des concentrations élevées de sulfates.

Le tableau IV.22 présente les différents milieux agressifs utilisés ainsi que les concentrations.

MILIEUX DE CONSERVATION	concentration
Eau distillée	/
L'air	/
Acide sulfurique H ₂ SO ₄	5 %
Sulfate d'ammonium (NH ₄)SO ₄	5 %
Sulfate de calcium CaSO ₄	5 %
Sulfate de magnésium MgSO ₄	5 %
Acide sulfurique H ₂ SO ₄	10 %
Sulfate d'ammonium (NH ₄)SO ₄	10 %
Sulfate de calcium CaSO ₄	10 %
Sulfate de magnésium MgSO ₄	10 %

Tableau IV.22 : Milieux agressifs de conservation

IV.4.5.4 Echantillonnage et dispositif d'essai :

IV.4.5.4.1 Préparation des échantillons :

Pour réaliser les essais avec DRX, nous avons pris des échantillons de la partie dégradée de chaque éprouvette. Les échantillons sont ensuite broyés pour obtenir des grains de diamètre environ 50 µm. Le passage ensuite des grains dans un tamis permettra de ne retenir que des grains de dimension 50 µm pour une bonne homogénéité du produit analysé.

L'échantillon retenu pour analyse est placé dans des porte échantillons en plastique et mise en place dans l'appareil pour l'essai.

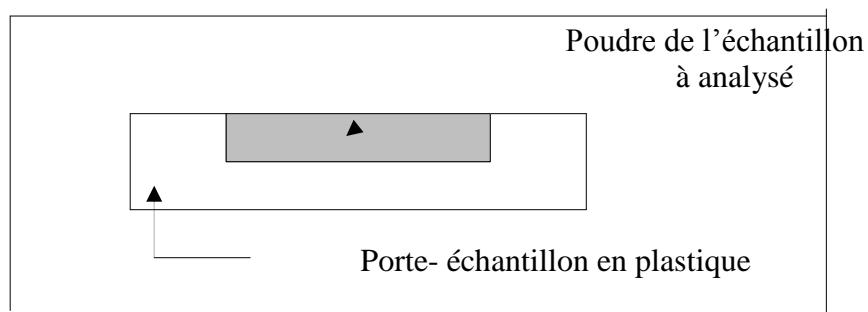


Figure IV.22 : Schéma de l'échantillon en poudre à analysé

IV.4.5.4.2 Dispositif d'essai :

L'analyse des échantillons est réalisée à l'université de M'sila dans un diffractomètre à rayon X (X'Pert PRO).

Pour pouvoir détecter les éléments ayant des intensités faible par exemple l'aragonite, l'arnite et l'alite et représenter la partie amorphe du matériau, nous avons réalisé des essais sur les mêmes échantillons au laboratoire **LMDC** (INSA -TOULOUSE) avec un diffractomètre à rayon X (D 5000 Seimens).



Figure IV.23 : vue d'ensemble du diffractomètre de l'université de M'sila

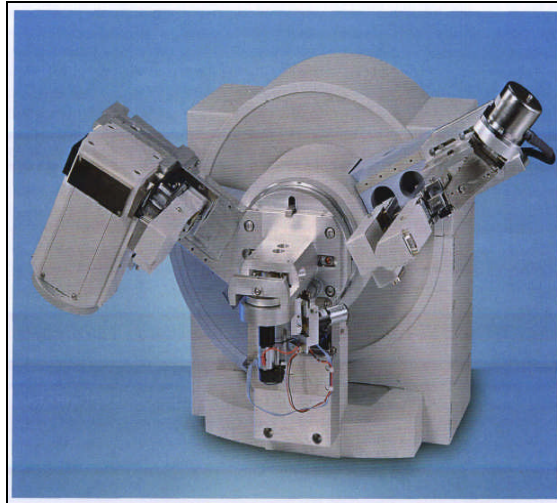


Figure IV.24 : X'Pert PRO
diffractomètre de l'université de M'sila

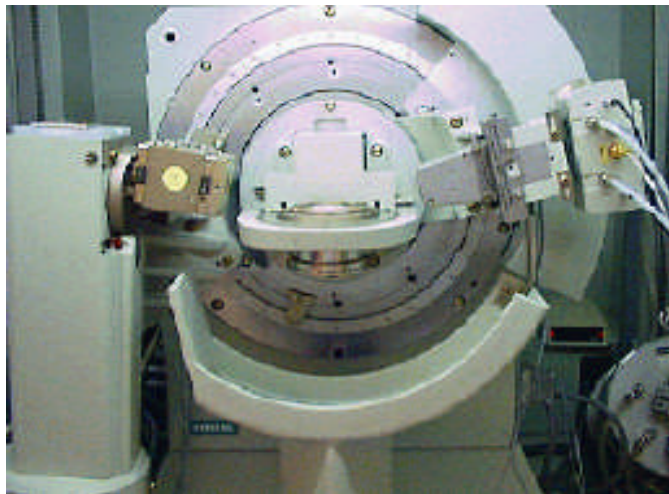


Figure IV.25 : D 5000 Seimens
Laboratoire **LCPC**- INSA Toulouse.

Les conditions de l'analyse sont récapitulées comme suite :

a/ pour le X'Pert PRO de l'université de M'sila (Figure IV.24) :

- le matériau est broyé tel que $\varnothing < 50 \mu\text{m}$.
- L'échantillon est fixe, la source de rayon X et le détecteurs pivotent d'une angle θ (montage θ - θ , chapitre 3).
- L'exploitation des diffractogrammes (dépouillement) est faite par le logiciel X'Pert High Score Plus
- Durée de l'essai : une (01) heure.

b/ pour le D 5000 Seimens (Figure IV.25) :

- le matériau est broyé tel que $\varnothing < 50 \mu\text{m}$.
- La vitesse du balayage est égale à 30 tours / minute.
- L'exploitation des diffractogrammes (dépouillement) est faite par le logiciel EVA- BRIKER.
- Durée de l'essai : une (01) heure.

IV.4.6 RESULTATS EXPERIMENTAUX ET INTERPRETATION

IV.4.6.1 Identification des hydrates de la pate par DRX :

La diffractométrie par rayons X permet d'identifier les phases hydratées de la pate et ainsi de déterminer si l'hydratation s'est déroulée de façon convenable.

L'analyse par diffraction des rayons X des différents constituants de la pate ne peut pas donner une mesure quantitative de ces éléments par absence de référence (interne au matériau). Il faudrait pour cela pouvoir comparer l'intensité des raies (nombre de coups détectés) à une hauteur de pic constante dans le temps et référencée par une quantité de matériau connue présent dans le matériau.

En revanche, une approche quantitative des résultats peut être menée par comparaison des intensités des raies entre les différents constituants.

IV.4.6.2 Examen visuel des échantillons :

- l'examen visuel des échantillons qui ont été conservé dans une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4), montre qu'ils se recouvrent très rapidement d'une substance blanche (gypse). Elle est plus intense dans ceux qui ont été conservé dans une concentration de 10% de (H_2SO_4). On observe aussi une dégradation de la surface sans fissuration pénètrent à l'intérieur de l'échantillon.
- Dans les échantillons qui ont conservé dans l'acide d'ammonium [$(NH_4)_2 SO_4$], on constate une apparition de fissures et éclatement des éprouvettes avec déformation (courbure). On remarque aussi l'absorption quantité de La solution de sulfate suite aux fissures et les dégradations qui ont engendrés la surface de l'éprouvette. La dégradation est plus intense dans le cas d'une concentration de 10% de sulfate par rapport à 5 %.

Dans la surface de l'échantillon, on aperçoit des cristaux de gypse qui piquent en touchant.

- Les échantillons qui ont été conservé dans le sulfate de magnésium ($MgSO_4$) présentent aussi à la surface des cristaux blancs, mais ils sont de faible quantité en comparant avec ceux de l'acide d'ammonium.
- les éprouvettes conservées dans le sulfate de calcium ($CaSO_4$) ont été recouvertes d'une couche blanche, elle est plus intense dans le cas d'une solution avec 20% de $CaSO_4$.

IV.4.6.3 Etude minéralogique des parties dégradées :

Dans le but d'étudier la dégradation des échantillons immergés dans les différentes solutions, les zones en contact avec les solutions agressives ont été étudiées par diffraction X.

L'examen des diffractogrammes des différents échantillons montre la présence des phases couramment rencontrés dans les mortiers (portlandite, silicate et aluminat de calcium hydraté, calcite), il est à noter la présence aussi d'ettringite et du gypse.

Le tableau IV.23 récapitule les principaux minéraux enregistrés dans des échantillons étudiés y- compris leurs pics avec l'angle et le nombre de coups correspondant.

	calcite			portlandite			Aragonite			Eléments restent de l'hydratation du ciment								ETTRINGITE			GYPSE				
										Larnite C2S		C3S		C3A		C4AF									
ANGLE 2θ	20,7	30,4	40,6	20,1	40	50,5	30,1	30,2	50,4	30,7	30,8	40,8	30,8	40	40,8	30,9	50,5	10,4	20,9	10,1	10,8	20,7	10,4	20,4	30,4
AIR	150	1070	230	180	210	170	120	90	120	120	150	80	120	100	80	90	/	60	50	100	80	70	/	/	/
EAU	170	1060	240	190	180	170	120	80	120	100	120	70	100	90	70	80	/	70	50	110	70	60	/	/	/
10% CaSO4	150	910	230	180	160	140	50	40	50	110	70	60	80	50	30	20	/	20	10	130	70	80	50	50	/
20% CaSO4	140	910	220	190	170	130	50	30	50	100	60	50	80	50	30	20	/	30	/	120	70	50	50	50	/
10% MgSO4	130	830	170	290	210	140	50	40	50	100	80	50	60	80	20	60	80	20	20	150	100	130	240	200	240
20% MgSO4	140	790	160	200	160	120	60	40	80	130	80	50	90	80	60	30	100	30	30	210	110	120	260	180	130
5% H2SO4	140	940	210	130	140	120	40	30	50	70	60	30	50	30	20	30	80	30	20	100	50	130	280	330	340
10%H2SO4	120	810	200	110	100	120	60	70	50	100	80	50	60	50	40	70	80	40	40	110	60	90	580	640	560
5% (NH4)2 SO4	180	1160	250	140	210	150	80	70	70	100	80	50	80	70	40	80	110	30	30	140	60	140	380	350	420
10%(NH4)2 SO4	120	870	160	30	40	90	80	50	60	110	60	30	50	60	20	100	110	20	30	70	40	70	650	800	830

Tableau IV.23 Minéraux enregistrés avec les angles des pics et les nombres de coups (intensité)

IV.4.6.4 diffractogrammes et analyse des résultats :

La diffractogramme des rayons X permet d'identifier les phases hydratées de la pâte et peut aussi déterminer si l'hydratation s'est déroulée de façon convenable.

Les diffractogrammes ci-dessous (Figure IV.26 à IV.35) sont représentées par les composés amorphes ; Un composé amorphe est un composé dans lequel les atomes ne respectent aucun ordre à moyenne et grande distance, ce qui le distingue des composés cristallisés. Les verres, les élastomères et les liquides sont des composés amorphes.

La diffraction sur poudres pour un cristal donne lieu à des pics de diffraction localisés spatialement alors qu'un composé amorphe produit de larges bosses.

Symboles :

E : Ettringite ($\text{Ca}_6 (\text{Al}(\text{OH})_6)_2 (\text{SO}_4)_3 (\text{H}_2\text{O})_{26}$)
P : Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$
Q : Quartz (SiO_2)
C : Calcite $\text{Ca}(\text{CO}_3)$
L : Larnite (C_2S) $\text{Ca}_2 \text{SiO}_5$
1 : Alite (C_3S) $\text{Ca}_3 \text{SiO}_5$
G : Gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
A : Aragonite
C-S-H : silicate de calcium hydraté
C4AF : Brownmillerite
 $\text{Mg}(\text{OH})_2$: Brucite
 CaSO_4 : Anhydrite

IV.4.6.4.1 Mortier conservé dans l'eau :

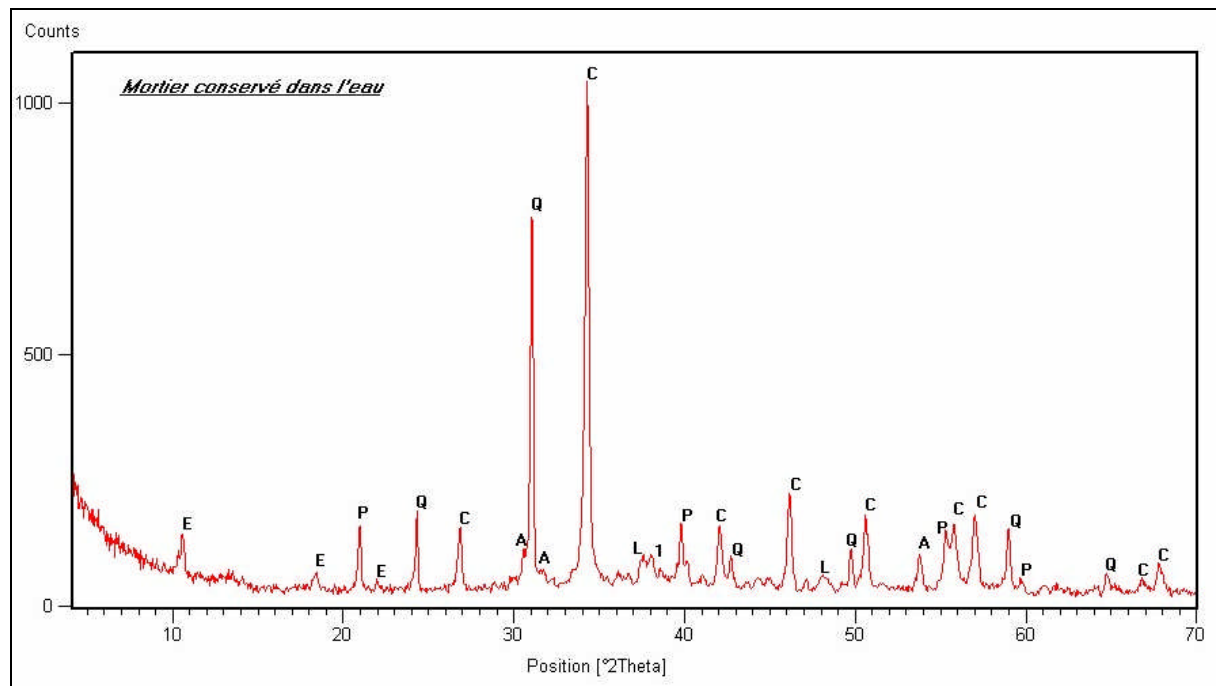


Figure IV.26 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans l'eau

- ❖ Un fort signal est détecté à l'angle $2\theta=30.40^\circ$ (1070 cps/s) correspond au raie principale de la calcite, 02 autres raies moins importantes détectés aux angle $2\theta=20.70^\circ$ et $2\theta=40.60^\circ$ (respectivement 170 cps/s et 240 cps).
- ❖ Des raies correspond à la portlandite ont été détectés, le raie principale est détectée à l'angle $2\theta=20.10^\circ$ (190 cps/s).
- ❖ Des raies d'aragonite, le raie principale est à l'angle $2\theta=30.10^\circ$ (120 cps).
- ❖ Des raies d'anhydres C2S, C3S, C3A et C4AF ont été détectés ce qui laisse penser que l'hydratation n'a pas été complète.
- ❖ Des raies d'ettringite sont présent avec un raie principale à l'angle $2\theta = 10.10^\circ$ (110 cps), faible par rapport à la potlandite.

On constate l'existence d'une large bosse entre l'angle $2\theta=30.00^\circ$ et $2\theta=45.00^\circ$ correspondant à une partie amorphe du produit qui est assez difficile d'extraire un pic caractéristique.

IV.4.6.4.2 Mortier conservé dans l'air :

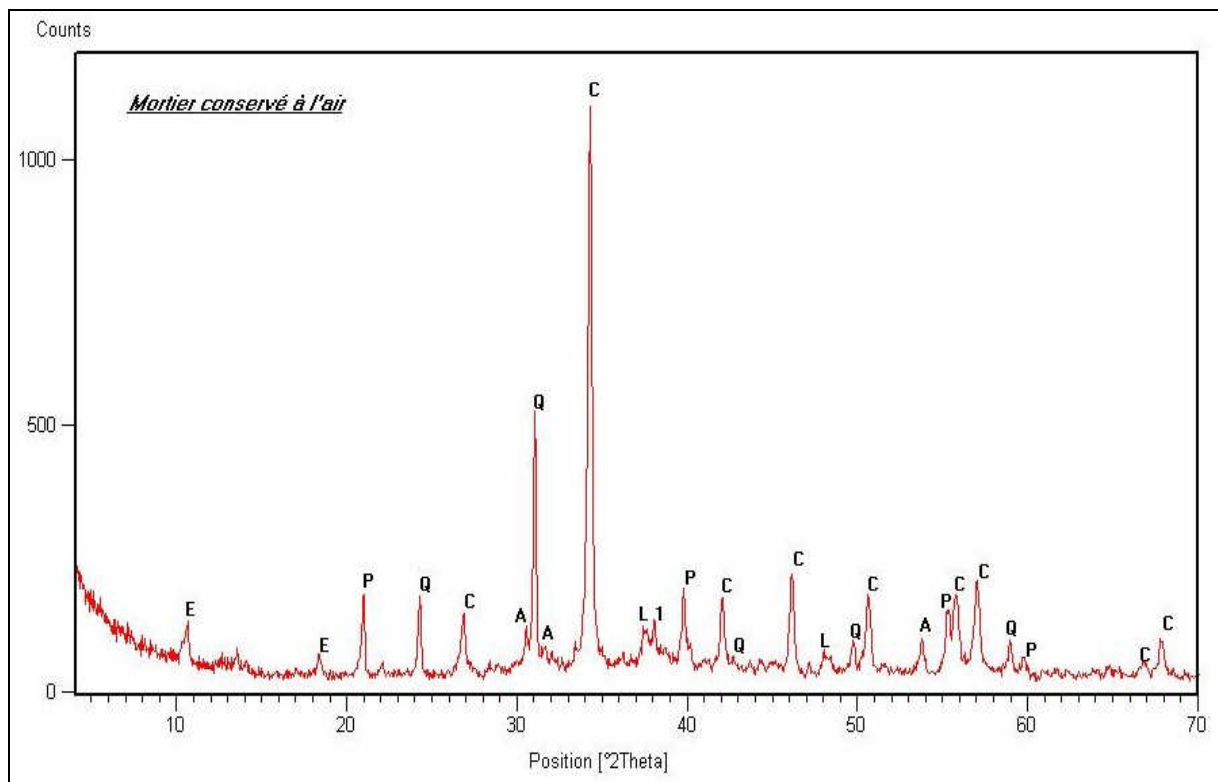


Figure IV.27 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé à l'air

- ❖ Un fort signal est détecté à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (1140 cps), correspond à la calcite, il est un peu plus fort que celui détecté dans les échantillons conservés à l'eau, laisse penser que les échantillons conservé totalement à l'air sont plus carbonaté que ceux qui ont été conservés à l'eau avant de passer à l'air.
- ❖ Présence d'aragonite qui est représenté par un raie principale à l'angle $2\theta = 30.10^\circ$ (120 cps).
- ❖ La présence d'arnite C2S, C3S, C3A et C4AF indiquant que l'hydratation n'a pas été complète.

- ❖ Le raie principale de l'ettringite est à l'angle $2\theta = 10.10^\circ$ (100 cps) à peu près même que celui du mortier conservé à l'eau.

La carbonatation de la portlandite donne essentiellement du carbonate de calcium (CaCO_3), dont il existe 03 variétés : la calcite, la vaterite et l'aragonite. La calcite étant la forme la plus stable à long terme.

La présence de l'aragonite et de la calcite avec une intensité forte, laisse penser que la carbonatation du mortier par le dioxyde de carbone (CO_2) a favorisé la précipitation d'une petite quantité d'aragonite.

De même, On constate l'existence d'une large bosse entre l'angle $2\theta=30.00^\circ$ et $2\theta=45.00^\circ$ correspondant à une partie amorphe du produit.

IV.4.6.4.3 Mortier conservé dans une solution avec 5% de CaSO_4 :

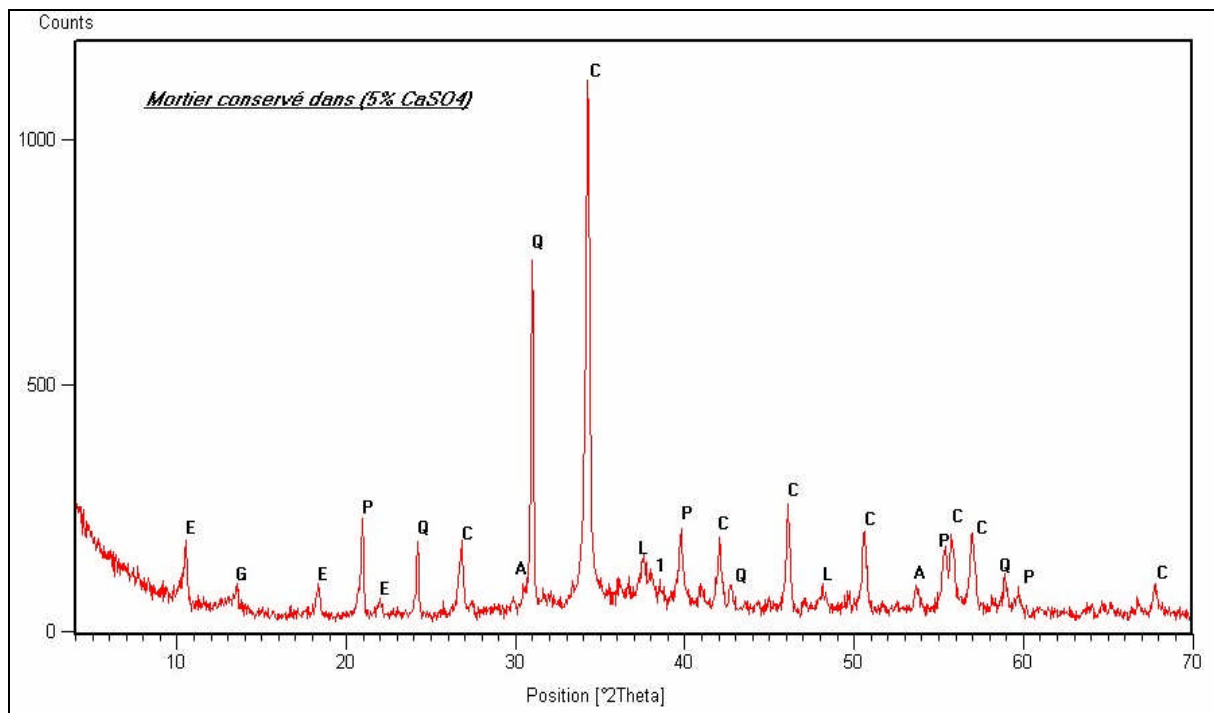


Figure IV.28 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 5 % de CaSO_4

- ❖ Le raie principale de la calcite est à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (1060 cps), il est moins inférieur à celui d'un mortier conservé à l'eau.
- ❖ La présence de la portlandite avec un raie principale à l'angle $2\theta = 40.00^\circ$ (160 cps) inférieur dans celui du mortier conservé à l'eau, ce qui laisse penser qu'une partie de portlandite a réagi avec le sulfate de calcium pour former de l'ettringite et du gypse.
- ❖ Le raie principale de l'aragonite est à l'angle $2\theta = 30.10^\circ$ (50 cps), il est inférieur à celui du mortier conservé dans l'eau et dans l'air, ce qui laisse dire que la formation du gypse a réduit la formation d'aragonite c'est-à-dire réduit l'effet de la carbonatation.
- ❖ La présence de raies de C_2S , C_3S , C_3A et C_4AF dus à une hydratation qui n'est pas complète.

- ❖ Présence de raies d'ettringite avec un raie principale à l'angle $2\theta = 10.10^\circ$ (130 cps), peu supérieur que les mortier conservés à l'eau et à l'air.
- ❖ Présence de raies de gypse un raie principale à l'angle $2\theta = 10.40^\circ$ (50 cps) suite à la réaction de la portlandite avec le sulfate.

Une large bosse entre l'angle $2\theta=30.00^\circ$ et $2\theta=45.00^\circ$ est détectée correspondant à une partie amorphe du produit.

IV.4.6.4.4 Mortier conservé dans une solution avec 10% de CaSO₄ :

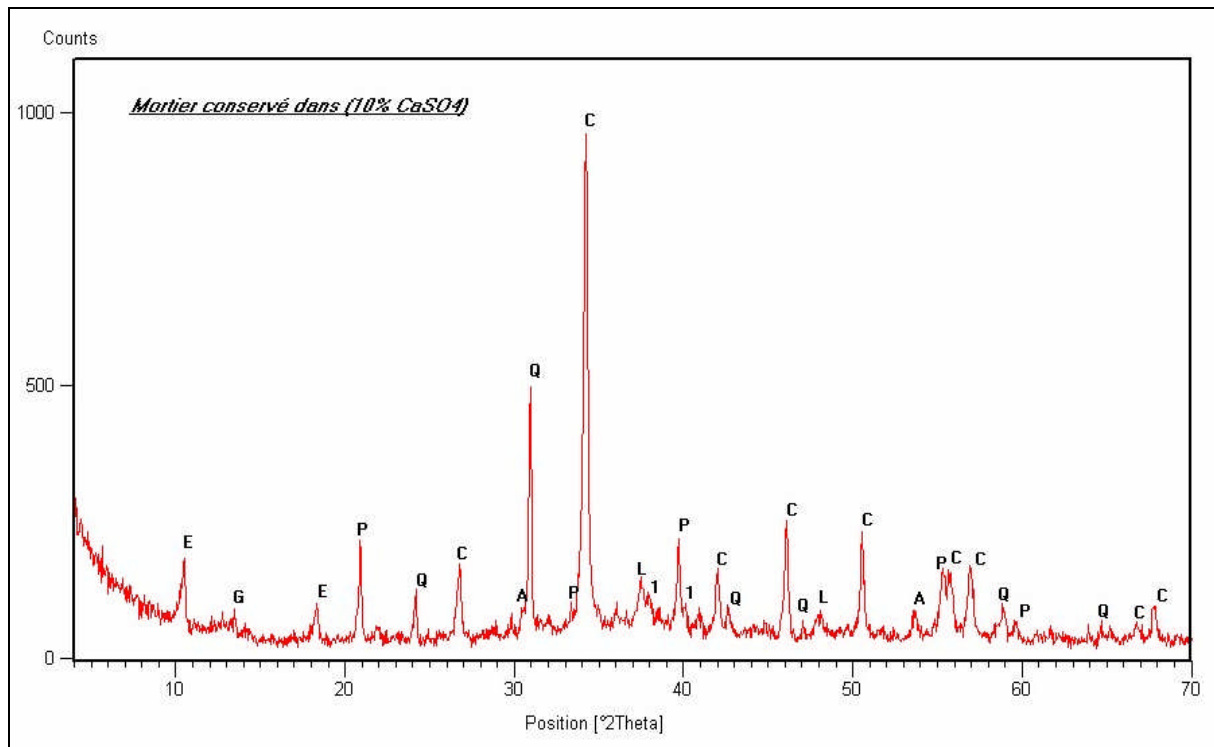


Figure IV.29 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 10 % de CaSO₄

- ❖ Le raie principale de la calcite est détecté à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (910 cps), il est inférieur à celui du mortier conservé dans 10% CaSO₄.
- ❖ La portlandite à le raie principale à l'angle $2\theta = 20.10^\circ$ (190 cps/s), peu supérieur que dans le cas du mortier conservé dans 10% CaSO₄.
- ❖ Présence d'aragonite avec une intensité inférieure que dans le cas du mortier conservé dans 10% CaSO₄.
- ❖ Toujours présence C₂S, C₃S, C₃A et C₄AF indiquant que l'hydratation n'a pas été complète.
- ❖ Présence d'ettringite et de gypse avec les mêmes intensités de raies qu'un mortier conservé dans 10% CaSO₄.

L'augmentation de la concentration en CaSO₄ dans la solution est bénéfique en ce qui concerne les attaques par le CO₂, ainsi, il y'a une réduction de l'intensité de la calcite et de l'aragonite dans le cas d'une solution avec 10% CaSO₄.

Il y a formation et de gypse suite à la réaction de la portlandite avec le sulfate, et formation d'ettringite par la réaction du C₃A avec le gypse. Les intensités de l'ettringite et

du gypse n'ont pas subi une augmentation dans le cas d'une concentration plus élevée en CaSO_4 .

Toujours, on détecte une large bosse entre l'angle $2\theta=30.00^\circ$ et $2\theta=45.00^\circ$ est détectée correspondant à une partie amorphe du produit

IV.4.6.4.5 Mortier conservé dans une solution avec 5% de MgSO_4 :

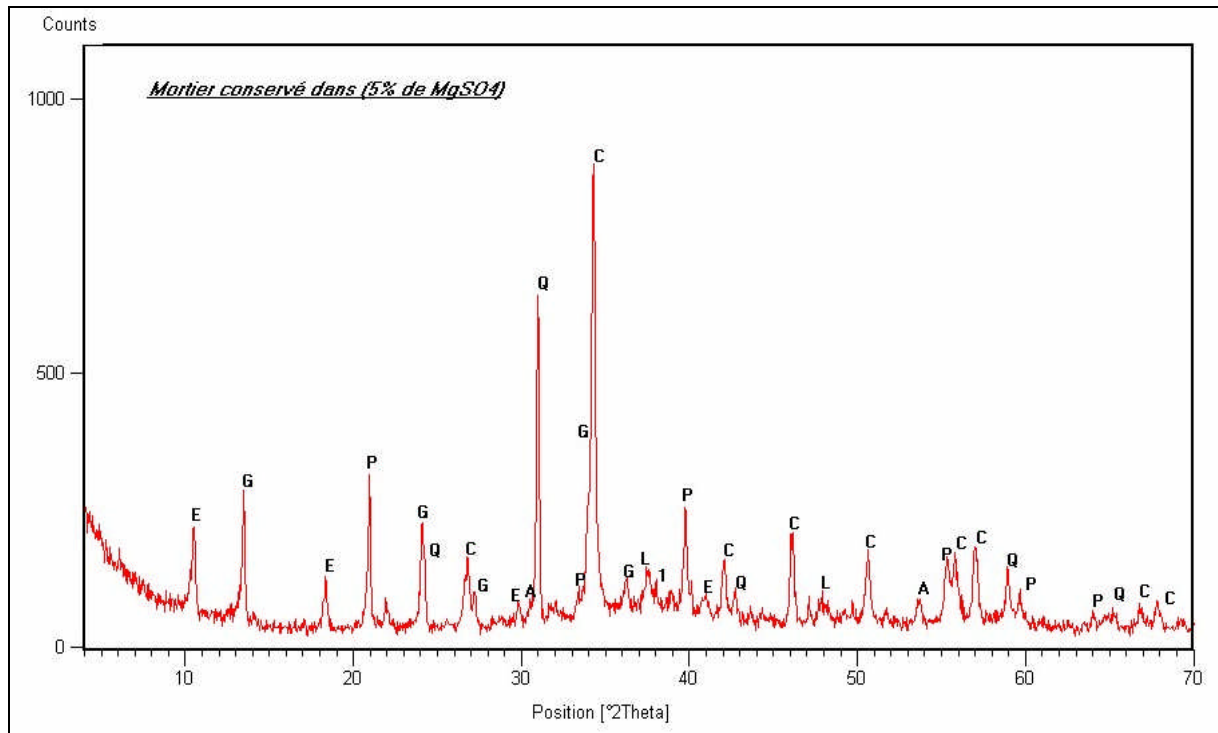


Figure IV.30 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 5 % de MgSO_4

- ❖ Le raie principale de la calcite est à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (830 cps), il est moins important que celui d'un mortier conservé à l'eau, à l'air ou dans une solution de CaSO_4 .
- ❖ La présence d'aragonite est à l'angle $2\theta = 50.40^\circ$ (50 cps/s), il est moins important aussi.
- ❖ On trouve aussi de l'arnite C_2S , C_3S , C_3A et C_4AF dont leurs présences indiquent une hydratation qui n'est pas complète.
- ❖ Il y'a présence d'ettringite avec un raie principale à l'angle $2\theta = 10.10^\circ$ (150 cps), l'intensité des raies est importante suite à l'attaque par le sulfate MgSO_4 .
- ❖ Présence de gypse à l'angle $2\theta = 10.40^\circ$ (240 cps)
- ❖ Présence de la brucite $\text{Mg}(\text{OH})_2$ avec des intensités faible.

IV.4.6.4.6 Mortier conservé dans une solution avec 10% de MgSO₄ :

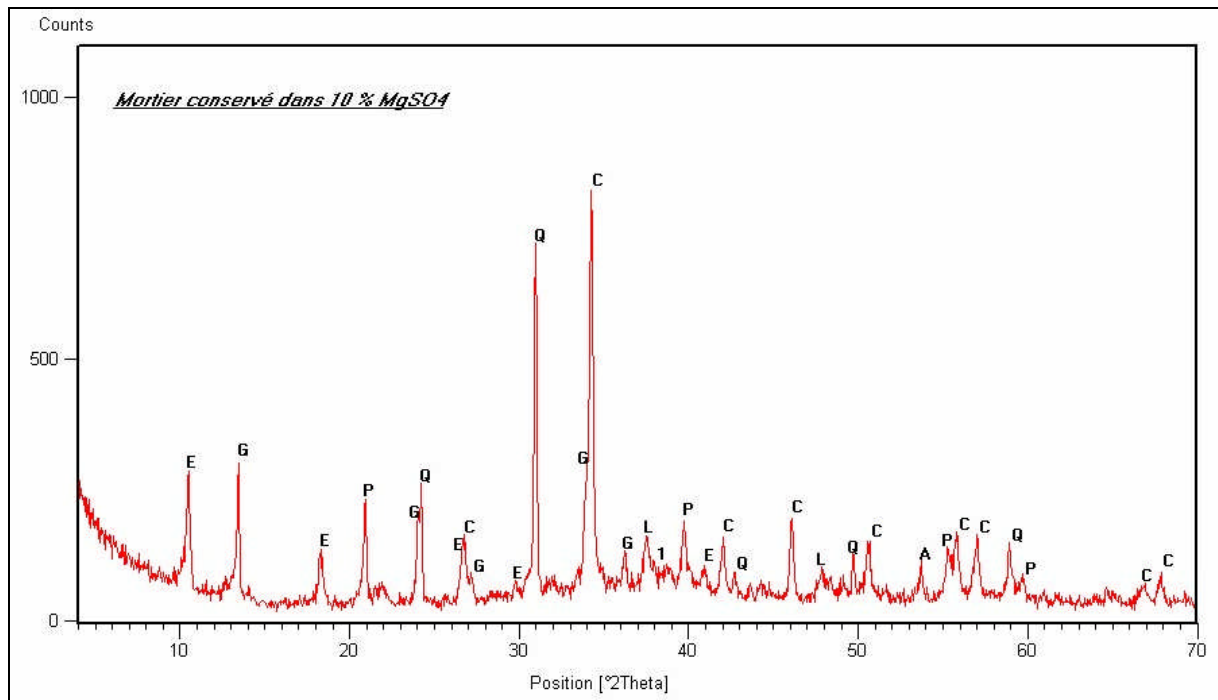


Figure IV.31 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 10 % de MgSO₄

- ❖ Le raie principale de la calcite est à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (790 cps), il est un peu inférieur à celui obtenu dans le cas d'une solution de 5% de MgSO₄.
- ❖ La portlandite est représenté par un raie principale à l'angle $2\theta = 20.10^\circ$ (200 cps), il est aussi moins important que dans le cas d'une solution de 5% de MgSO₄.
- ❖ On trouve aussi de l'arnite C₂S, de cérites C₃S et C₃A, du Brownmellite C₄AF qui montrent que l'hydratation n'est pas complète.
- ❖ L'apparition de l'ettringite avec un raie principale à l'angle $2\theta = 10.10^\circ$ (210 cps), il est plus important que dans le cas de 5% de MgSO₄.
- ❖ Présence du gypse avec un raie principale à l'angle $2\theta = 10.40^\circ$ (260 cps), il est aussi supérieur que dans le cas d'une solution de 5% de MgSO₄.
- ❖ La présence du brucite Mg(OH)₂ avec des raie d'intensité faible.

D'après les diffractogrammes obtenus pour les cas de 5% et 10 % de MgSO₄, on peut remarquer que le sulfate de magnésium qui est agressif et qui a double action (formation de gypse et de l'ettringite expansif).

- Réaction de la portlandite avec le sulfate de magnésium pour former l'anhydrite ou le gypse ainsi que de la brucite MgSO₄ de même pour les silicates de calcium hydraté C-S-H.
- Réaction du C₃A avec le gypse pour former l'ettringite expansive.

Une quantité de portlandite Ca(OH)₂ est entrée en réaction avec le sulfate en produisant ainsi du gypse et de la brucite. Ensuite la réaction du gypse avec le C₃A ce qui donne de l'ettringite expansive.

La solution plus concentrée en sulfate de manésium est plus agressive cela est expliqué par la réduction de la quantité de la portlandite et la présence de quantité élevée

d'ettringite et de gypse. De même l'agressivité du $MgSO_4$ est plus forte que le sulfate de calcium $CaSO_4$.

IV.4.6.4.7 Mortier conservé dans une solution avec 5% de H_2SO_4 :

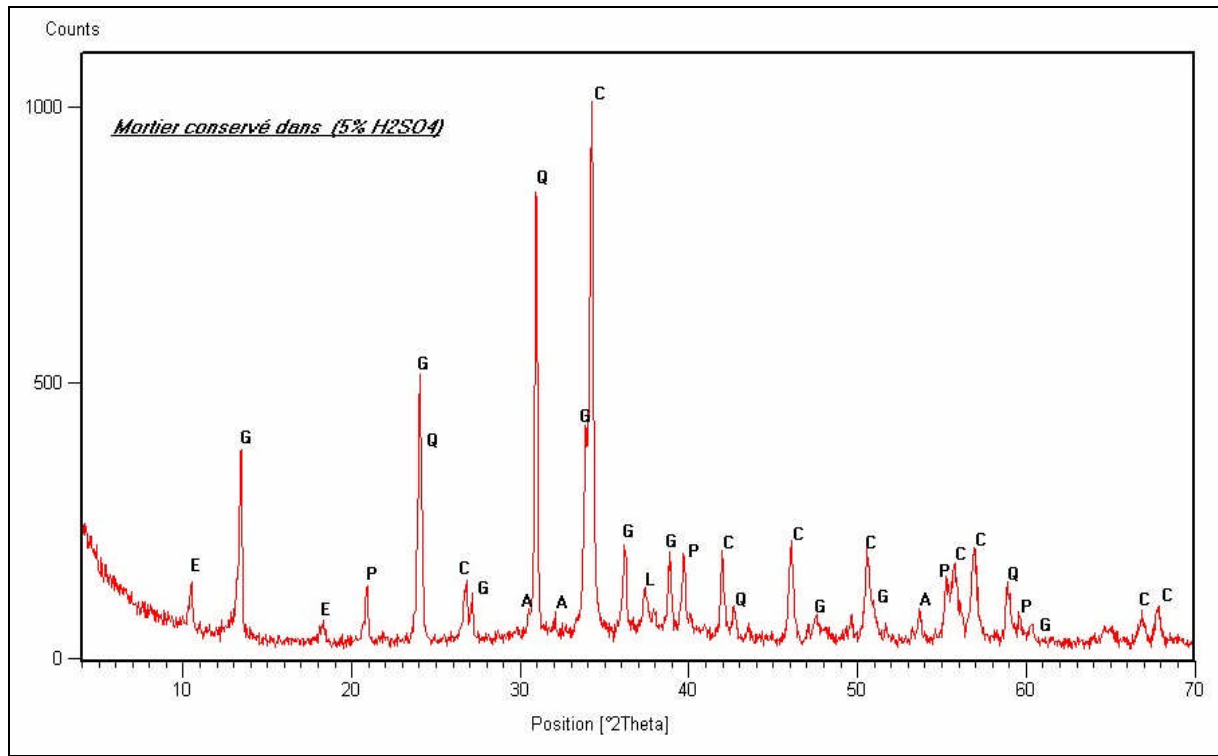


Figure IV.32 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 5 % de H_2SO_4

- ❖ Le raie principale de la calcite est à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (940 cps).
- ❖ La portlandite est représenté par un raie principale à l'angle $2\theta = 40.00^\circ$ (140 cps).
- ❖ On trouve aussi de l'arnite C_2S , de cérites C_3S et C_3A , du Brownmellite C_4AF qui montrent que l'hydratation n'est pas complète.
- ❖ Présence de l'aragonite à l'angle $2\theta = 50.40^\circ$ (50 cps)
- ❖ L'apparition de l'ettringite avec un raie principale à l'angle $2\theta = 20.70^\circ$ (130 cps).
- ❖ Présence du gypse avec un raie principale à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (340 cps).

IV.4.6.4.8 Mortier conservé dans une solution avec 10% de H₂SO₄ :

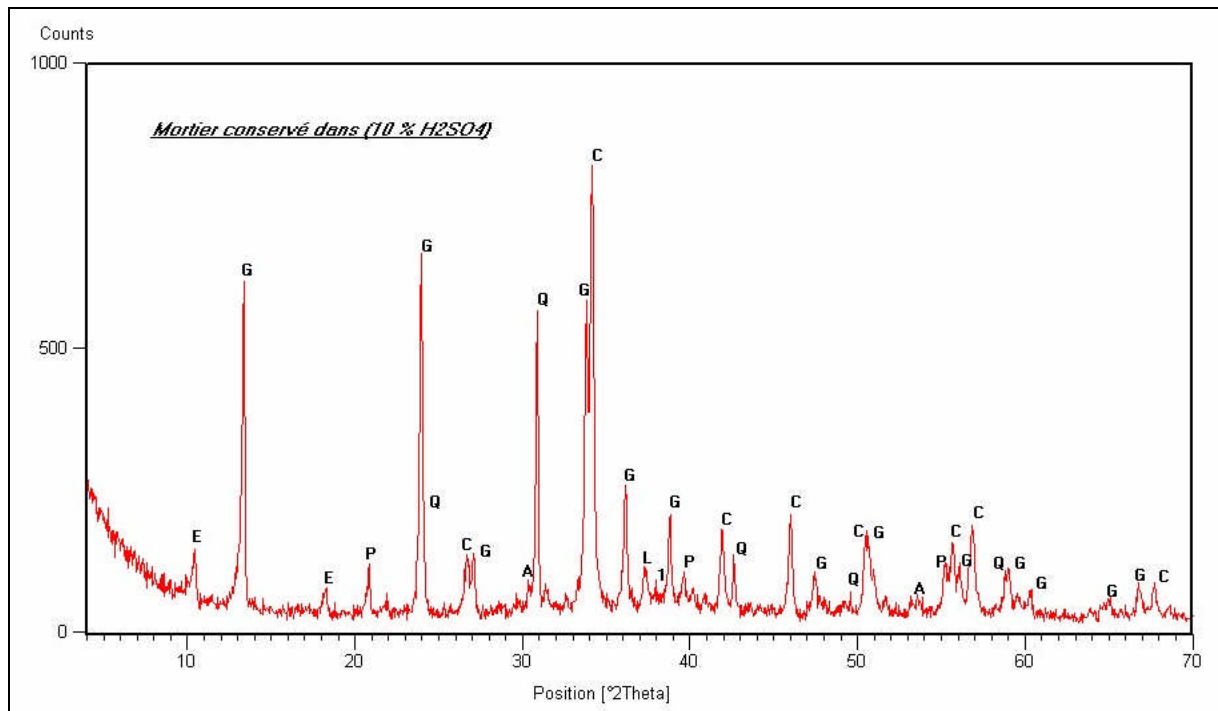


Figure IV.33 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 10 % de H₂SO₄

- ❖ La calcite est représentée par un raie principale à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (810 cps).
- ❖ Le raie principale de la portlandite est à l'angle $2\theta = 50.40^\circ$ (120 cps).
- ❖ Présence de l'aragonite à l'angle $2\theta = 30.20^\circ$ (70 cps).
- ❖ Il y a présence aussi de l'aragite C₂S, de cérites C₃S et C₃A, du Brownellite C₄AF qui montrent que l'hydratation n'est pas complète.
- ❖ L'ettringite est représenté à l'angle $2\theta = 10.10^\circ$ (110 cps).
- ❖ Présence de gypse à l'angle $2\theta = 20.40^\circ$ (640 cps).

Les éprouvettes conservés dans une solution d'acide sulfurique ont subi une dégradation sur leurs surface avec présence d'une couche blanche qui recouvre la partie était immergée dans l'acide. Cette dégradation et cette couche sont plus importante avec la concentration en acide.

L'acide sulfurique (H₂SO₄) attaque les hydrates, particulièrement la portlandite Ca(OH)₂ pour donner du gypse selon la réaction suivante :



L'action de l'acide sulfurique sur les éprouvettes développe une couche dansse blanche à la surface. Cette couche de gypse offre une protection au mortier en bloquant et limitant le taux d'attaque.

Le remplissage des fissures et des pores dans la surface du matériaux avec du gypse offre au matériaux une protection à la surface ce qui donne une blocage de pénétration et limitant le taux de l'attaque.

Cette couche est plus dense dans le cas d'une concentration élevée d'acide sulfurique, elle agit en tant qu'une couche extérieure de cachetage ce qui offre une protection et bloque la pénétration de l'acide à l'intérieur en retardant ainsi le processus de détérioration.

L'aluminat C3A s'est réagi avec le gypse pour former de l'ettringite. Le raie principale de l'ettringite est à l'angle $2\theta = 20.70^\circ$ correspond à 130 cps dans le cas d'une concentration de 5 % de H2SO4, il est moins important dans le cas de 10 % de H2SO4 qui correspond à 90 cps. ce qui explique l'effet de la couche externe de gypse.

IV.4.6.4.9 Mortier conservé dans une solution avec 5% de (NH4)2 SO4 :

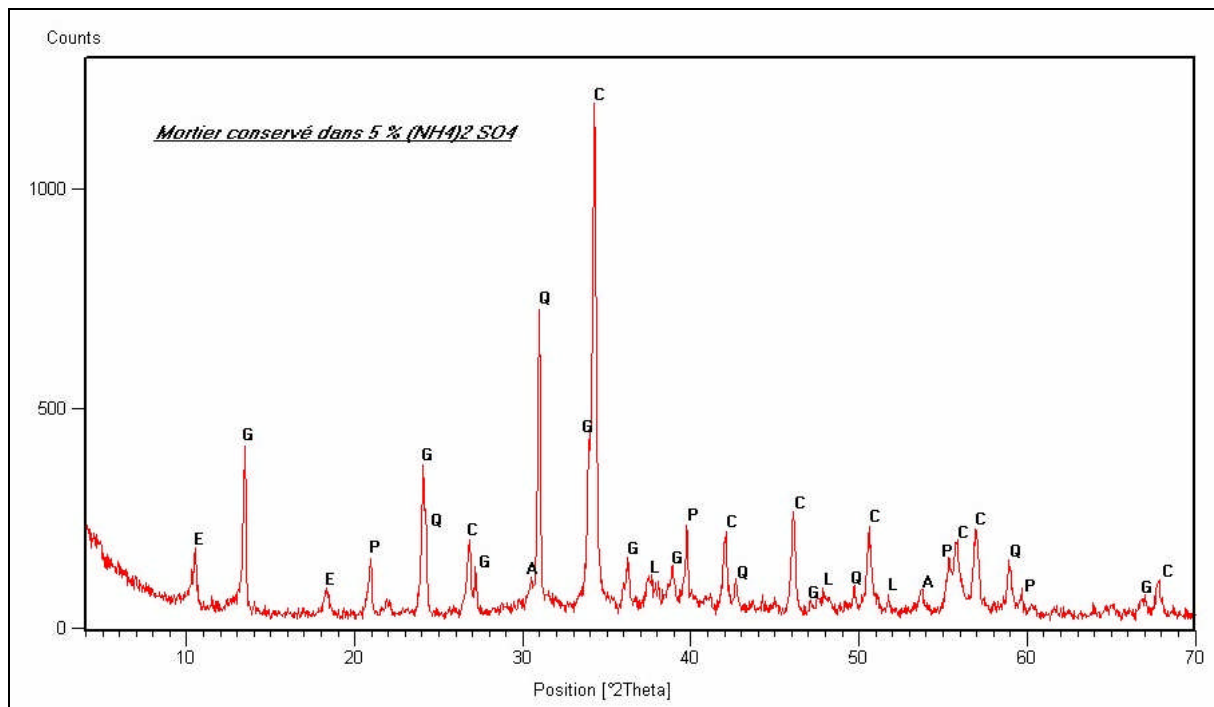


Figure IV.34 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 5 % de (NH4)2 SO4

- ❖ La calcite est représentée par un raie principale à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (1160 cps).
- ❖ Le raie principale de la portlandite est à l'angle $2\theta = 40.00^\circ$ (210 cps).
- ❖ Présence de l'aragonite à l'angle $2\theta = 30.10^\circ$ (80 cps).
- ❖ Il y a présence aussi de l'arnite C2S, de cérites C3S et C3A, du Brownmellite C4AF qui montre que l'hydratation n'est pas complète.
- ❖ L'ettringite est représenté à l'angle $2\theta = 10.10^\circ$ (140 cps).
- ❖ Présence de gypse avec un principale à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (420 cps).

IV.4.6.4.10 Mortier conservé dans une solution avec 10% de $(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$:

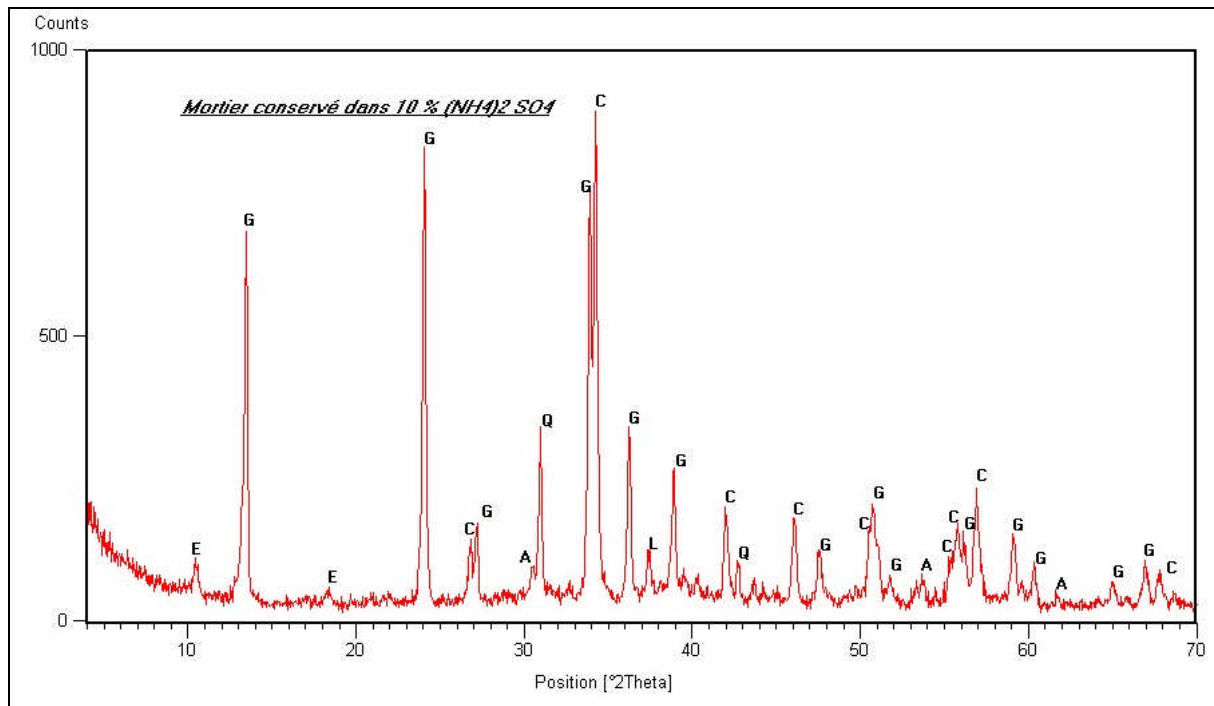


Figure IV.35 : Diagramme d'analyse par DRX d'un mortier conservé dans une solution avec 10 % de $(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$

- ❖ La calcite est représentée par un raie principale à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (870 cps).
- ❖ Le raie principale de la portlandite est à l'angle $2\theta = 50.50^\circ$ (90 cps).
- ❖ Présence de l'aragonite à l'angle $2\theta = 30.10^\circ$ (80 cps).
- ❖ Il y a présence aussi de l'aragite C_2S , de cérites C_3S et C_3A , du Brownellite C_4AF qui montrent que l'hydratation n'est pas complète.
- ❖ L'ettringite est représenté à l'angle $2\theta = 10.10^\circ$ (70 cps).
- ❖ Présence de gypse avec un principale à l'angle $2\theta = 30.40^\circ$ (830 cps).

Les éprouvettes étaient immergées dans le sulfate d'ammonium donnent naissance à des cristaux aciculaires disséminés et semblant piqués sur la surface. Ces petites aiguilles sont plus importantes dans le cas d'une solution concentrée de $(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$.

L'examen des diffractogrammes obtenus montre comme le cas d'une attaque par l'acide sulfurique où le mortier était recouvert d'une pellicule de gypse. Le mortier au contact de sulfate d'ammonium est hérissé de petites aiguilles constitué aussi du gypse. Ces aiguilles sont relativement disséminées sur la surface et laissent de larges espaces de mortier au contact des agents agressifs extérieurs.

Dans le cas d'une attaque par l'acide sulfurique les cristaux sont de petite taille et leur orientation préférentielle est parallèle à la surface. Ainsi ils tapissent cette dernière ce qui offre au mortier une protection.

Dans une attaque par le sulfate d'ammonium les espaces laissés par l'orientation des aiguilles de gypse facilitent la pénétration des agents agressifs à l'intérieur causant ainsi de la

fissuration et la dégradation du mortier. Les éprouvettes immergés dans le sulfate d'ammonium ont subi une dégradation importante, des fissurations et courbure cela est expliqué par la quantité du gypse formé et qui est plus importante dans le cas d'une solution avec 10 % de $(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$.



Figure IV.36: Mortier conservé dans une solution de 10% de H_2SO_4



Figure IV.37 : Mortier conservé dans une solution de 10% de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$



Figure IV.38 : Mortier conservé à l'air

IV.4.7 ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA FORMATION GYPSEUSE SUR LA CARBONATATION:

IV.4.7.1 Introduction :

La carbonatation est un phénomène de vieillissement des bétons. Elle correspond à la transformation progressive de la portlandite en calcite, au contact du dioxyde de carbone contenu dans l'air et en présence d'humidité. Cette transformation s'accompagne par une diminution du PH.

Une des conséquences principales de la carbonatation est la favorisation de la corrosion des armatures qui sont passivées, c'est-à-dire recouverte d'une couche protectrice d'oxydes, dans un milieu basique de PH environ égal à 13 comme dans la solution interstitiel du béton.

Le dioxyde de carbone gazeux pénètre par diffusion dans le réseau poreux du béton et se dissous dans l'eau et forme l'acide H_2CO_3 qui réagit avec la portlandite $Ca(OH)_2$ pour former de la calcite $CaCO_3$:



La vitesse de carbonatation est fonction de nombreux paramètres dont les plus importants sont la perméabilité et le taux d'humidité relative du milieu ambiant. La vitesse de carbonatation est maximale pour une humidité comprise entre 40% et 80%, 60% étant considéré comme la valeur la plus critique. [1]

Une décalcification du mortier peut entraîner une chute de son PH du à la consommation de chaux. Cette modification du PH est mise en évidence par un indicateur coloré (phénophtaléine).

IV.4.7.2 Plan expérimental :

Pour l'étude de l'influence de la formation du gypse sur la profondeur de la carbonatation. Nous avons confectionné des éprouvettes prismatiques 4x4x16 cm³ composés de :

Sable 1350 g
Ciment 450 g
Eau =248 g

Le sable utilisé pour la confection des mortiers est un sable de l'Oued avec un rapport E/C =0.50 et un rapport agrégat/ciment égale à 3.

Les éprouvettes sont maturé 7 jours (20°C, HS) puis stockées 28 jours à l'atmosphère ambiante 20°C, 60 % HR), ils sont ensuite immergés dans les solutions agressives pendant 2 mois. Après ces délais les éprouvettes sont conservées à l'atmosphère ambiante pendant 2 mois.

Pour réaliser les essais avec la solution alcoolique de phénophtaléine, les éprouvettes étaient rompues en flexion et la profondeur de carbonatation est déduite par la moyenne des mesures obtenues sur les quatre faces des éprouvettes.



Schéma représentatif du phénomène de carbonatation

IV.4.7.3 Résultats et interprétation :

Le tableau suivant récapitule les profondeurs de carbonatation pour les mortiers conservés dans les différentes solutions de sulfates.

MILIEUX DE CONSERVATION DES EPROUVETTES	Profondeur de carbonatation (mm)
Air	3.25
Sulfate d'ammonium ($(NH_4)_2SO_4$)	3.00
Sulfate de calcium ($CaSO_4$) 5 %	2.00
Eau distillée	1.50
Sulfate de magnésium ($MgSO_4$) 5 %	1.25
Acide sulfurique (H_2SO_4)	1.00

Tableau IV.24 : Profondeur de carbonatation des mortiers conservés dans les différents milieux agressifs.

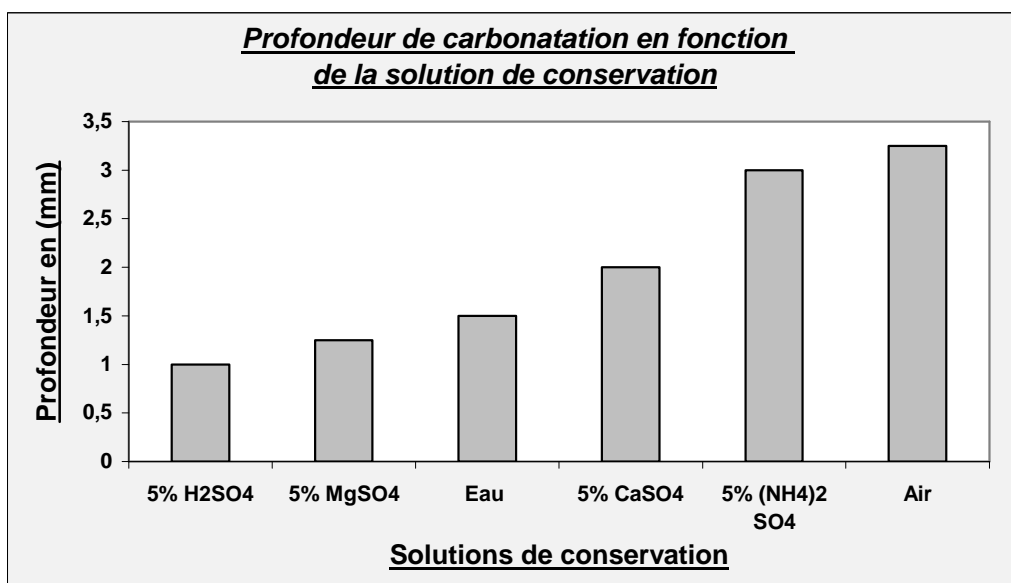


Tableau IV.39 : Profondeur de carbonatation en fonction de la solution de conservation

D'après les résultats exposés dans le tableau IV.24, on peut déduire les conclusions suivantes :

- La conservation du mortier à l'air dans une humidité d'environ 40% sans avoir subi une cure dans l'eau. Ce mode de conservation favorise et facilite la pénétration du dioxyde de carbone gazeux (CO_2) de l'air qui fait la réaction principalement avec la portlandite. Le résultat de cette réaction est la précipitation de la calcite et la baisse du PH de la partie carbonatée de l'ordre de 9.
- Pour le mortier conservé dans le sulfate d'ammonium, la profondeur de carbonatation est importante : la dégradation des éprouvettes sous l'effet du sulfates et la présence de fissure ont favorisé la pénétration du dioxyde de carbone gazeux (CO_2).
- La profondeur de carbonatation pour un mortier conservé dans l'eau est plus faible : le mortier qui a subi une cure dans l'eau surtout pendant les premiers jours favorise l'augmentation de la résistance du mortier à la pénétration du (CO_2).
- Pour les échantillons qui ont été conservés dans les solutions de sulfates, on constate que la sulfatation de la surface provoque bien une protection contre la carbonatation surtout dans le cas de l'acide sulfurique où la couche de gypse présentant dans la surface a constituée une barrière contre la diffusions du dioxyde de carbone.

CONCLUSION

GENERALE

V CONCLUSION GENERALE :

La dégradation du béton sous l'effet des sulfates et des acides est due principalement à des phénomènes d'expansion en relation avec la cristallisation d'ettringite, dite ettringite « secondaire ». La formation de cette ettringite est résumée en deux étapes :

a/- Formation du gypse dit « gypse secondaire » par oppositions au gypse « primaire » ajouté au ciment pendant la fabrication comme régulateur de prise.



b/- Réaction entre le gypse secondaire et les aluminates de calcium du ciment formant l'ettringite.



L'air contient du dioxyde de carbone à un taux moyen de 0.03 % en volume. Cette teneur en dioxyde dépend de la pression et de la température. Le dioxyde de carbone atmosphérique réagit sur les différents hydrates et principalement sur la portlandite pour donner du carbonate de calcium comme produit final.

La durabilité du béton s'explique en grande partie par la difficulté qu'ont les agents agressifs à pénétrer dans le réseau poreux des bétons. Cette qualité peut être caractérisée au moyen de deux grandeurs physiques : la perméabilité et la diffusivité.

La perméabilité est relative au déplacement d'un fluide sous l'effet d'une pression motrice. Elle dépend de la taille des espaces poreux dans lesquels s'écoule le fluide ainsi que de leurs interconnexions.

Dans ce travail, nous avons étudié en premier lieu l'influence du milieu de conservation en particulier l'élévation de température sur la résistance à la compression, le module d'élasticité et le coefficient de perméabilité du béton.

Les paramètres pris en compte sont :

- Le rapport E/C.
- Le milieu de conservation (à l'air ou à l'eau).

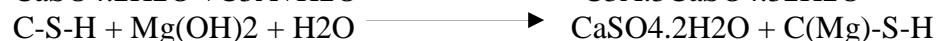
En second lieu. En utilisant un diffractomètre rayon x, nous avons étudié la dégradation des éprouvettes de mortier conservé soit dans l'eau distillée ou à l'air, soit dans des solutions de sulfates ou d'acides.

Les solutions agressives utilisées sont :

- le sulfate de calcium (CaSO₄).



- le sulfate de magnésium (MgSO₄).



Nouveau composé

- le sulfate d'ammonium (NH₄)₂ SO₄



- L'acide sulfurique H₂ SO₄



Pour étudier l'influence de la formation d'une couche de gypse à la surface des éprouvettes sur la profondeur de carbonatation atmosphérique, nous avons mesuré la profondeur de carbonatation en utilisant une solution d'alcool de phénophtaléine.

Après cette étude expérimentale, nous pouvons formuler les conclusions suivantes :

La résistance d'un béton conservé à l'eau est beaucoup plus meilleur qu'un béton conservé à l'air. De même, le module d'élasticité pour un béton conservé à l'eau est supérieur qu'un béton conservé à l'air pour un âge inférieur à 90 jours, pour un âge supérieur à 90 jours, on constate que le module d'élasticité n'est pas influencé par le mode de conservation.

Une quantité élevée d'eau de gâchage influe néfastement sur les caractéristiques mécaniques du béton : L'augmentation du rapport E/C produit une chute de la résistance à la compression et une réduction du module d'élasticité du béton.

L'emploi d'un adjuvant réducteur d'eau est très bénéfique pour les propriétés mécaniques et la perméabilité du béton.

La perméabilité à l'eau du béton diminue rapidement avec l'augmentation de la résistance quelque soit le mode de conservation (à l'eau ou à l'air).

L'attaque du mortier par les sulfates et les acides est caractérisée par la formation du gypse et d'ettringite. Cette formation est traduite par la couche blanche qui couvre les surfaces des échantillons exposés aux solutions de sulfates. Les diffractogrammes des rayons X pour les différents échantillons nous renseignent sur les différents minéraux constituant la pâte du ciment.

Une forte intensité de gypse est détectée dans le cas d'une attaque par l'acide sulfurique et le sulfate d'ammonium

Dans le cas du sulfate d'ammonium, cette formation gypseuse est constituée par des cristaux gonflants causant ainsi la dégradation et la fissuration de la surface qui facilite la pénétration des agents agressifs.

Les cristaux de gypse formés dans le cas d'attaque par l'acide sulfurique ont des dimensions plus faibles et leurs directions offre au béton une couche protectrice qui constitue une barrière contre la pénétration des agents agressifs.

Pour l'ensemble des échantillons, on constate la présence de raies de calcite de quartz, d'anhydres C₂S, C₃S, C₃A et C₄AF qui nous renseignent sur l'hydratation du ciment.

La formation de gypse et d'ettringite ainsi que la précipitation d'aragonite qui peut être causée par le phénomène de carbonatation.

Une cure dans l'eau surtout dans les premiers jours est un facteur important pour ralentir la progression de la carbonatation.

La formation superficielle de gypse, obtenus dans le cas de l'attaque sulfatique surtout pour le sulfate de magnésium et de l'acide sulfurique. Cette formation de gypse peut contrarier la pénétration d'agents agressifs et principalement le dioxyde de carbone.

En ce qui concerne l'attaque par le sulfate d'ammonium, la cristallisation du gypse est effectuée localement, vers l'extérieur de la matrice cimentaire et dans ce cas nulle barrière ne s'oppose à une migration ultérieure d'espèces.

PERSPECTIF ET COMPLIMENT DE RECHERCHE :

Pour compléter cette étude, il est nécessaire de donner quelques perspectives :

1/ Etude de l'influence du rapport E/C sur la perméabilité du béton en réalisent plusieurs éprouvettes avec différents valeurs pour E/C et l'établissement de graphes reliant la perméabilité au rapport E/C.

2/ Etude de l'influence du rapport S/G sur la perméabilité et les caractéristiques mécaniques du béton.

3/ Etude de l'effet des milieux agressifs sur la perméabilité et la résistance à la compression du béton.

4/ Evaluation de l'influence du dosage en ciment sur l'agressivité du béton.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]-**Jacques BARON, Jean-pierre OLLIVIER**, « Introduction à la durabilité du béton » -la durabilité des bétons, Presses de l'école nationale des Ponts et chaussées, ISBN 2- 85978-184-6 Paris 1992, pp: 100, 106
- [2]-**Durabilité du béton**, « durabilité et réparation du béton », , Université de Sherbrooke, GCI 714, article d'internet, chap 2, pp 28 ,62
- [3]- **George DREUX, Jean FESTA**, « Nouveau guide du béton et ses constituants », Edition Eyrolles 1998, Huitième édition ,ISBN 2-212-10231-3
- [4]- **JEAN-MARIE Reyouard, GILLES Pijaudier – Cabot** « Comportement mécanique du béton », Publication Hermes Science, Lavoisier ,ISBN 2-7462-0980-2
- [5]-**Frank Rendell, Raoul Jauberthie** « The deterioration of mortar in sulphate environments », article 1999 , Internet, Department of Civil Engineering, Rennes, France.
- [6]- **PETROV** « Effets combinés de différents facteurs sur l'expansion des bétons causée par la formation différée de l'ettringite », Thèse de Ph D, 2003, Université de Sherbrooke.
- [7]- **Durabilité du béton** « action des sulfates, de l'eau de mer et attaque par les acides » Université de Sherbrooke, GCI 714, article d'internet, chap 2, pp 160 ,185
- [8]-**BENCHEIKH Mohamed, BAALI Laid**, « La perméabilité, la porosité et la résistance d'un béton à base de matériaux locaux comme critère de sa durabilité », Article 2003, université de M'sila
- [9]-**Durabilité du béton**, « durabilité et réparation du béton », Université de Sherbrooke, GCI 714, article d'internet, chap 2 , pp 60 ,96
- [10]- **ADAM M. NEVILLE**, « propriétés des bétons », Edition Eyrolles 2000, ISBN 2-212-01320-5, chap 10, pp 463, 478.
- [11]-**FRANÇOIS DE LARRARD**, « Structure granulaires et formulation des bétons », Document publié par le LCPC, ISBN 2-7208-2006-8,Avril 2000 , pp 320, 380
- [12]- **Nagataki et Ujike 1986** " Air permeability of concrete mixed with fly ash and condensed silica fume " , ACI SP-91, p. 1049-1068.
- [13]- **WALID Jaafar**, « influence de la carbonatation sur la porosité et la perméabilité des bétons », rapport de stage université demarne la vallte 2003
- [14]- **R.H.BOGUE** « Durcissement des pâtes de ciments », la chimie du ciment portland, Edition Eyrolles 1992, pp 510, 517
- [15]- **ADAM M. NEVILLE** , « propriétés des bétons », Edition Eyrolles 2000, ISBN 2-212-01320-5, chap 8 , pp 345 ,392
- [16]- **KEDJOUR Nacer- Eddine**, « Le laboratoire du béton », Office des publications universitaires, Algerie, Edition 2.03.4212, pp 206, 219.
- [17]-**BELOUADAH Messaouda**, « Evaluation des effets secondaire liés à l'incorporation des adjuvants sur les propriétés du durabilité du béton à base de matériaux locaux », mémoire de magistère université de M'sila 2004
- [18]-**BOUALAG Saida**, « effets des milieux agressifs sur les caractéristiques de durabilité des bétons et des matrices cimentaires », mémoire de magistère, université de M'sila 2004.

- [19]-**BAALI Laid**, « La perméabilité, la porosité et la résistance d'un béton à base de matériaux locaux comme critère de sa durabilité », mémoire de magistère, université de M'sila 2002
- [20]-**AIDI Ghania, MATOUG Abdellatif**, « L'influence du milieu agressif sur la durabilité du béton », Thèse d'ingénieur, université de M'sila 2003
- [21]- **BEHOUT Fadhila**, formulation expérimentale d'un béton à base de granulats locaux – validation d'une méthode de calcul », thèse d'ingénieur, université de M'sila 2005.
- [22]-**JACQUES Baron, RAYMOND Sauterey** , « Le béton hydraulique connaissance et pratique », Presses de l'école nationale des ponts et chaussées, paris 1995 , ISBN 2-85978-033-5.
- [23]-**NATALYA Shanahan, ABLA Zayed** , « Cement composition and sulfate attack », Department of Civil Engineering, University of south Florida , USA. Article 2006, Science Direct
- [24]-**M.I Khan, C.J. Lynsdale** « Strength, permeability, and carbonation of high-performance concrete », Department of Civil Engineering, University of Sheffield , UK , Article 2001
- [25]-**M.O Farrell, S. Wild**, « Resistance to chemical attack of ground brick-PC mortar, part I. Sodium sulphate solution », , University of Glamorgan , UK , Article 1999
- [26]-**ADAM Neville**, « Chloride attack of reinforced concrete : an overview», , Neville Engineering,London , Article 1995.
- [27]-**M.Hisada, S.Nagataki,N.Otsuki**, « Evaluation of mineral admixtures on the viewpoint of chloride ion migration through mortar », Department of International Engineering,Tokyou , Japon, Article 2001.
- [28]-**G.Batis, E.Rakanta** « Corrosion of steel reinforcement due to atmospheric pollution », Department of Materials sciences and Engineering, University of Athens, Greece, Article 2005.
- [29]-**M.Ghrici, S.Kenai, M.Said Mansour** « Mechanical properties and durability of mortar and concrete containing natural pozzolana and limestone blended cements», Civil Engineering Department, University of Chelef, Algeria, Article 2007.
- [30]-**JAMAL Alduaij, KHALID Alshaleh** « Lightweight concrete in hot coastal areas », Department of civil Engineering , University of Kuwait , Kuwait, Article 1999.
- [31]-**P.W Brown, STEVEN Badger** « The distributions of bound sulfates and chlorides in concrete subjected to mixed NaCl, MgSO₄ , Na₂SO₄ attack », Department of Materials sciences and Engineering, University Park, USA , Article 2000.
- [32]- **S. Bonnet , B.Perrin**, « Influence de la présence des ions chlorures sur les propriétés à l'équilibre de différents mortiers », Laboratoire d'étude technique et mécaniques, INSA Toulouse , France, Article 1998.
- [33]-**S.M.Torees, J.H.Sharp** « Long term durability of portland- limestone cement mortars exposed to magnesium sulfate attack», Department of Engineering Materials, University of Sheffield, UK ,Article 2003.
- [34]-**RAOUL Jauberthie, FRANK Rendell** « Physicochemical study of the alteration surface of concrete exposed to ammonium salts», University of East London ,Article 2002.
- [35]-**P Castro, E.I. Moreno** « Influence of marine – climates on carbonation of reinforced concrete buildings», University of Mexico,Article 2002.

- [36]-**JEAN LUC Matrin, AMAND George**, Caractérisation expérimentale des matériaux II- Analyse par rayons X », Traité des matériaux, presses polytechniques et universitaires Romandes, France 1998, ISBN 2-88074-364-8.
- [37]-**R.Dupain, R Lanchon, J.C.Saint-Arroman**, « Granulats, Sols, Ciments et Bétons », Edition Casteilla, France 2000, ISBN 2-7135-2064-9.
- [38]-**J.N Baléo, B.Bourges, PH Courcoux, C.Faur-Brasquet, P.Le Cloiesc**, « Méthodes et outils pour les expérimentations scientifiques », Edition TEC & DOC, Ecole des mines de Nantes, France 2003, ISBN 2-7130-0595-5.
- [39]-**R Ouahes**, « Eléments de Radiocristallographie », Office des publications universitaires, Algérie 1984, Edition 1282-10-84.
- [40]- **Fiches techniques concernant l'adjuvants SFR 122 , Granitex , Alger 2003.**
- [41]- **BROLL Norbert**, « Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X », Technique de l'ingénieur, PE 1 080, pp pp 1, 16.
- [42]- **Fichier D.R.X, Exempleaire, LCPC INSA de Toulouse.**
- [43]-**FRANK Randell, RAOUL Jauberthie, CHRISTOPHE Lanos**, « Mortier en milieu agressifs », revue française de génie civil, laboratoire GTMa, INSA Rennes, France 2000, pp 231,244.
- [44]-**MRTA Choinska, ABDERLHAFID Khelidj**, « Effets and interactions of temperature and stress-level related damage on permeability of concrete », Institut GeM, Ecole centrale de Nantes , France, Article 2006.
- [45]-**JAMAL GEORGE W Scherer**, « New methods to measure liquid in porous materials », Princeton university, USA, Article 2006.
- [46]-**A.R.Chibi and L.Acquaye**, « Effets of elevated curing temperatures on the strength and durability of concrete », School of bulding construction, university of Florida , USA, Article 2004.
- [47]-**MRTA Choinska, ABDERLHAFID KhelStéphan Assié, GILLES Escadeillas, VINCENT Waller**, « Estimates of self-compacting concrete (potential durability)», LMDC, INSA Toulouse , France, Article 2006.
- [48]-**BAROGHEL-BOUNY Véronique, CHAUSSADENT Thierry**, « Transfert dans les bétons et durabilité des ouvrages Bilan de cinq années de recherches et orientations futures », Laboratoire des ponts et chaussées , France, Article 2004
- [49]-**BING Tian, MENASHI.D.Cohen** « Does gypsum formation during sulfate attack on concrete lead to expansio », School of civil Engineering, Purdue University, USA, Article 1999.
- [50]-**EL BAHY Boubakeur Seddik**, « Influence des paramètres de formulation et des conditions de mise en œuvre et de conservation sur la perméabilité à l'eau à base de matériaux locaux », mémoire de magistère, Université de M'sila 2004.
- [51]-**BENCHEIKH Mohamed**, « Effet des ajouts chimiques fabriqués en Algérie sur la perméabilité et la porosité d'un béton sous conditions climatiques », International conference for bulding and construction, EGYPTE 2004.
- [52]-**BENCHEIKH Mohamed, AMRIOU Abderrachid** , « طريقة تجريبية لقياس نفاذية الخرسانة للماء تحت تأثير الطقس الحار », International Exhibition & conference for bulding & construction INTER BUILD, CAIRO June2007, EGYPTE.