



**HAL**  
open science

# Outils de caractérisation et analyse du comportement des matériaux cimentaires soumis à des cycles de gel-dégel en présence de sels

Sébastien Bouteille

► **To cite this version:**

Sébastien Bouteille. Outils de caractérisation et analyse du comportement des matériaux cimentaires soumis à des cycles de gel-dégel en présence de sels. Autre. Université Paris-Est, 2013. Français. NNT : 2013PEST1024 . pastel-00872934

**HAL Id: pastel-00872934**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00872934>**

Submitted on 14 Oct 2013

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

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

Thèse présentée pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Université Paris-Est**

Spécialité : Structure et matériau

par

**Sébastien Bouteille**

École Doctorale : SCIENCES, INGENIERIE ET ENVIRONNEMENT

***Outils de caractérisation et analyse du comportement  
des matériaux cimentaires soumis à des cycles de gel-  
dégel en présence de sels***

Soutenue le 18 avril 2013 devant le jury composé de :

Bernard PERRIN

Yves BERTHAUD

Aza AZOUNI

Antonin FABBRI

Laurent IZORET

Véronique BAROGHEL-BOUNY

Teddy FEN-CHONG

*UPS Toulouse*

*UPMC Paris VI*

*CNRS*

*ENTPE*

*ATILH*

*IFSTTAR*

*IFSTTAR*

*Rapporteur*

*Rapporteur*

*Examinatrice*

*Examineur*

*Invité*

*Co-directrice de thèse*

*Directeur de thèse*



---

# REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier en tout premier lieu les personnes qui m'ont permis de m'engager dans ce projet après 15 ans de vie professionnelle orientée sur le génie civil. Tout d'abord M. F. Novellas, alors directeur du département Laboratoire de Lyon, et M<sup>me</sup> S. Arnaud, responsable du Groupe Ouvrage d'Art Structure et Matériaux Durables qui m'ont fait confiance en me recrutant pour réaliser ce projet. M. O. Coussi qui a autorisé mon intégration dans le master M2 S.M.C.D. de l'ENPC mais il a également validé mon rattachement au laboratoire Navier en tant que doctorant. M. T. Fen-Chong et M<sup>me</sup> V. Baroghel-Bouny ont accepté d'encadrer la réalisation de ces travaux alors qu'ils étaient réalisés au CETE de Lyon avec les conseils de M. M. Dierkens. Enfin, je remercie tous ceux ont participé aux réunions du comité de suivi scientifique de ces travaux : Patrick Dangla, Michel Delort, et Antonin Fabbri.

J'exprime également toute ma gratitude à l'ensemble des personnes du CETE de Lyon qui ont participé à la réalisation de ces travaux et tout particulièrement à l'ensemble de l'unité Construction des Ouvrage en Béton qui s'est fortement investie dans ce projet. Je complimente également l'investissement de nombreux agents du champs d'action Ouvrage d'Art du CETE de Lyon pour la réalisation d'essais ne correspondant pas forcément à leur domaine de compétence.

Je garderai en mémoire l'accueil toujours chaleureux de l'ensemble de l'équipe milieu poreux du laboratoire Navier, ainsi que son esprit constructif qui incite à aller de l'avant.

Je remercie également mon entourage, famille et amis qui m'ont apporté leur soutien voire leur aide lors de la réalisation de ce projet.

Enfin, tout cela n'aurait pas été possible sans le soutien patient et inconditionnel de mon astre bio-énergétique, Christine, et de mes deux filles Eve et Lucie. Elles m'ont apporté l'indispensable ressource et souvent rappelé où se trouve l'essentiel bien que cela reste invisible pour les yeux...



# RESUME

Un béton exposé à des cycles de gel-dégel peut subir des dégradations généralement identifiées sous deux formes. Le gel interne, d'une part, qui affecte le cœur du matériau et peut aboutir à une microfissuration généralisée de la pâte cimentaire. La sensibilité d'un béton courant à ce mode de détérioration peut être diminuée par la présence d'un réseau de bulles d'air au sein de la pâte cimentaire. L'écaillage, d'autre part, qui est une détérioration de surface. Cette dernière est le plus souvent quantifiée par la perte de masse sur la surface exposée. Cette forme de dégradation est fortement influencée par la présence d'une solution aqueuse proche de la surface de béton exposée et de sa concentration en sels fondants (généralement du chlorure de sodium). Lorsque la formulation d'un béton courant n'est pas adaptée pour résister à ce type d'environnement, les dégradations liées au gel interne et à l'écaillage peuvent pénaliser l'exploitation de l'ouvrage concerné dans des conditions de services attendues.

Des essais laboratoire, exposant des corps d'épreuve en béton à des cycles de gel-dégel accélérés, permettent d'évaluer la résistance d'un béton face à ces deux formes de détériorations. La communauté scientifique s'accorde sur les essais permettant de caractériser la détérioration par le gel interne et l'aspect protecteur d'un réseau de bulles d'air. Par contre, l'écaillage est encore abordé par diverses procédures expérimentales qui ne font pas consensus et ont peu évolué depuis le milieu des années 1990.

Aussi, la première phase de ces travaux porte sur les deux essais opérationnels de caractérisation de la gélivité du matériau : l'évaluation du réseau de bulles d'air dans la pâte cimentaire sur béton durci, communément appelé facteur d'espacement ou  $L_{\text{barre}}$ , et l'essai laboratoire d'évaluation de la résistance à l'écaillage d'un béton.

La caractérisation traditionnelle du réseau de bulles d'air s'effectue par un comptage manuel sur une plaque de béton durci. Le développement d'un outil autonome et automatisé, basé sur les techniques d'analyse d'image, a permis d'évaluer la proportion de pâte et d'identifier le réseau de bulles d'air. La valeur du facteur d'espacement est comparable lorsqu'elle est déterminée à l'aide de cet outil selon la norme NF EN 480-11 ou avec la méthode manuelle selon la norme ASTM C457.

L'essai normalisé d'écaillage réalisé selon la norme XP P18-420, présente un résultat distribué selon une loi log-normale. Malgré une dispersion élevée, cet essai est discriminant pour valider la résistance à l'écaillage d'un béton par rapport à un seuil de perte de masse. Cependant, lors de la fabrication d'un ouvrage en béton, l'incertitude du résultat d'un essai isolé réalisé avec 4 corps d'épreuve ne permet pas de valider un béton présentant un résultat compris entre 379 et 949 g/m<sup>2</sup> par rapport à un seuil de 600 g/m<sup>2</sup>. Une nouvelle interprétation de l'essai est proposée avec la prise en compte d'un seuil de perte de masse et d'un nombre de cycles nécessaires pour atteindre ce seuil. Ce résultat, distribué selon une loi normale, est moins dispersé que la perte de masse par unité de surface.

Une deuxième phase de travaux porte sur l'établissement de liens entre les différentes phénoménologies de détérioration et les paramètres potentiellement influents lors de la réalisation de l'essai (exposition du corps d'épreuve et propriétés du matériau).

Les paramètres d'exposition révèlent la limite de la représentativité d'un essai exposant uniquement la surface d'un corps d'épreuve. Dans le cas de l'essai normalisé XP P18-420, les procédures de préparation des corps d'épreuve ne permettent pas d'assurer une répartition hydrique homogène de la surface jusqu'au cœur du matériau. La validité du résultat d'essai est conditionnée à l'évolution des propriétés du matériau au cours de l'essai et à la possibilité de maintenir une épaisseur de solution constante au-dessus de la surface exposée. La concentration en

NaCl dans la solution d'exposition est un paramètre qui influence fortement l'intensité de la détérioration. L'effet pessimum est généralement vérifié mais il n'est pas systématique. Cet effet pessimum n'est pas seulement piloté par la concentration en NaCl mais également par l'épaisseur de la solution en contact avec la paroi exposée. Par contre, les essais réalisés n'indiquent pas de corrélation entre la présence de NaCl dans la solution interstitielle du béton et l'intensité de l'écaillage.

Les différentes formulations de matériaux cimentaires ont permis de mettre en évidence plusieurs modes de détérioration. Ainsi, un coulis sans adjuvant ni ajout qui subit une gélifraction dans la masse en moins de 10 cycles n'est pas représentatif du comportement d'un matériau cimentaire contenant des inclusions. La présence de micro-billes plastiques dans un coulis cimentaire augmente fortement sa résistance. Les granulats, y compris les sables, ont également une forte influence indépendamment de leur propre caractère gélif. Ces essais mettent aussi en évidence que la présence d'un réseau de bulles d'air n'apporte pas une protection systématique lors d'une exposition à des cycles de gel-dégel. Pour les essais réalisés sur des corps d'épreuve de faibles dimensions et partiellement immergés dans une solution de 3% de NaCl, on note une évolution linéaire entre le module d'élasticité et la perte de masse en surface.

Enfin, deux scénarios simples de mécanismes de détérioration de surface sont proposés. Ils prennent en compte la solidification de la solution contenant du NaCl en surface et sont relatifs aux propriétés internes du matériau exposé.

# ABSTRACT

A concrete submitted to freeze-thaw cycles may undergo damages generally identified under two forms. On one hand, the internal frost affects the whole volume of the concrete. It can result in generalized microcracks into the cement paste. The sensibility of a common concrete to this deterioration can be decreased by the presence of a network of air bubbles within the cement paste. On the other hand, the scaling, is a surface deterioration generally quantified by the loss of mass from the exposed surface. The scaling is strongly influenced by the presence of a solution and its concentration in salts (generally some sodium chloride), over the exposed concrete surface. When a common concrete is not correctly formulated to resist this environment, its degradation can penalize the exploitation of the concerned structure in expected conditions of services.

Laboratory tests exposing bodies of concrete to accelerated freeze-thaws cycles, allow to estimate the concrete resistance when exposed to these two kinds of deteriorations. The scientific community agrees on the internal frost laboratory test and on the protective aspect of a network of air bubbles. But the scaling is still approached by experimental procedures which do not make consensus and have little evolved since the middle of the 1990s.

So, the first part of this study concerns both operational tests of characterization of the concrete frost sensibility : the evaluation of the network of air bubbles in the cement paste, commonly called the spacing factor, and the laboratory scaling standard test.

The traditional method to evaluate the spacing factor is made by a manual counting on a body of hardened concrete. The development of a tool based on image analysis technics allowed to estimate the cement paste proportion and to identify the air voids network. The spacing factor estimated by image analysis tools and by the manual method provides comparable values.

As regards the standard scaling test, it is distributed according to a log-normal law. In spite of a high dispersal, this test remains discriminating to validate the scaling resistance of a concrete compared with a threshold of a scaled mass. A new interpretation of the test is proposed considering the threshold of a scaled mass and the number of cycles necessary to reach this threshold. This result, distributed according to a normal law, is less scattered than the loss of mass by unit area.

The second part of this work concerns some link establishment between the various phenomenologies of deterioration and the exposure parameters and properties of the cement based material.

The exposure parameters reveal the representative limit of a test exposing only the surface of a body. In the case of the standard test, the procedures of preparation of the bodies do not allow to ensure an homogeneous hydric distribution from the surface to the heart of the material. Furthermore, the test result validity is conditioned by the evolution of the material properties during the test and by the possibility of maintaining a thickness of constant solution over the exposed surface. The NaCl concentration the exposure solution is a parameter that influences strongly the deterioration intensity. The pessimum effect is generally verified but it is not systematic.

Moreover, this pessimum effect is not only run by the NaCl concentration but also by the solution thickness close above the exposed sample surface. The NaCl concentration in the solution is very influent, but the NaCl presence in the interstitial solution of the concrete is not correlated to the degradation intensity.

The various formulations of cement based material highlight several modes of deterioration. So, a cement paste, without adjuvating nor addition, doesn't present a representative behavior of a



cement based material containing inclusions. The presence of micro plastic balls in a cement paste increases strongly its resistance. Aggregates including sands also have a strong influence independently of their own frost resistance. These results also highlight that the presence of a network of air bubbles does not bring a systematic protection during a freeze-thaw cycles exposure.

The tests realized with small bodies and partially immersed in a solution containing 3 % of NaCl, reveal a linear evolution between the module of elasticity and the loss of mass.

Finally, two simple mechanisms of deterioration are proposed. They take into account the solidification of the solution containing sodium chloride on the exposed surface. They are also relative to the internal properties of the exposed material.

# SOMMAIRE

<b>Introduction générale</b>	<b>13</b>
<b>Chapitre 1 Phénoménologie du gel des bétons : revue bibliographique</b>	<b>17</b>
<b>1.1 Les matériaux cimentaires</b>	<b>19</b>
1.1.1 Les différentes phases du béton durci	19
1.1.2 Structure de la pâte de ciment hydraté	19
1.1.3 L'eau contenue dans un béton	25
<b>1.2 Changement de phase des solutions contenant des sels</b>	<b>27</b>
1.2.1 Formation de glace	27
1.2.2 Diagramme des phases du système NaCl-H <sub>2</sub> O	29
1.2.3 Formation de glace d'eau de mer	32
1.2.4 Front de solidification des suspensions colloïdales	33
1.2.5 Interface glace-béton	35
<b>1.3 Détérioration des géomatériaux exposés à des cycles de gel-dégel</b>	<b>36</b>
1.3.1 Gel interne	37
1.3.2 L'écaillage	42
1.3.3 Paramètres d'influence de la résistance au gel et à l'écaillage	47
1.3.4 Analogie avec la détérioration des roches	51
<b>1.4 Essais en laboratoire de caractérisation de la résistance au gel-dégel et à l'écaillage</b>	<b>54</b>
1.4.1 Essais performantiels de résistance au gel des bétons	54
1.4.2 Caractérisation de l'air contenu dans un béton	56
1.4.3 Essais performantiels de résistance à l'écaillage	60
1.4.4 Autres essais de résistance au gel-dégel applicables en France	63
<b>1.5 Exposition des ouvrages et spécification des bétons</b>	<b>65</b>
1.5.1 Définition des classes d'exposition	65
1.5.2 Les essais à réaliser sur un béton exposé au gel	65
<b>1.6 Synthèse sur la phénoménologie de l'exposition des bétons aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels</b>	<b>67</b>
<b>Chapitre 2 Étude expérimentale</b>	<b>71</b>
<b>2.1 Présentation de la partie expérimentale</b>	<b>73</b>
<b>2.2 Caractérisation de la résistance au gel interne par analyse d'image</b>	<b>77</b>
2.2.1 Introduction	77
2.2.2 Méthode d'évaluation de la surface de pâte	78
2.2.3 Méthode de détection du réseau de bulles d'air	83
2.2.4 Calcul du facteur d'espacement selon la norme NF EN 480-11	86
2.2.5 Comparaison des méthodes d'évaluation du facteur d'espacement	88
<b>2.3 Campagnes expérimentales sur béton selon l'essai normalisé d'écaillage</b>	<b>92</b>
2.3.1 Objectifs des campagnes expérimentales	92

2.3.2	Fabrication et caractérisation de 3 formules de béton .....	94
2.3.3	Répétabilité de l'essai normalisé d'écaillage.....	103
2.3.4	Résultats d'écaillage sur béton exposé à des solutions contenant différentes concentrations de NaCl .....	109
2.3.5	Pénétration des ions chlorure au cours de l'essai d'écaillage .....	113
2.3.6	Identification du changement de phase de la solution de surface .....	117
2.3.7	Synthèse des résultats des essais sur béton .....	122
2.3.8	Essais complémentaires sur mortier et coulis de ciment.....	124
<b>2.4</b>	<b>Gel interne et écaillage sur mortier et coulis immergés .....</b>	<b>128</b>
2.4.1	Présentation générale de la campagne expérimentale.....	128
2.4.2	Résultats d'essais sur cubes avec une exposition de surface .....	137
2.4.3	Résultats d'essais sur prismes partiellement immergés .....	139
2.4.4	Synthèse des résultats de gel interne et écaillage sur coulis et mortier .....	154
<b>Chapitre 3</b>	<b>Analyse des résultats</b>	<b>157</b>
<b>3.1</b>	<b>Caractérisation de la résistance au gel d'un béton à l'aide du facteur d'espacement et de l'essai normalisé d'écaillage.....</b>	<b>159</b>
3.1.1	Synthèse de l'évaluation du $L_{\text{barre}}$ par analyse d'image .....	159
3.1.2	Analyse statistique du résultat d'essai normalisé d'écaillage .....	162
3.1.3	Nouvelle interprétation du résultat d'essai d'écaillage .....	166
3.1.4	Synthèse de l'analyse statistique de l'essai normalisé d'écaillage .....	168
<b>3.2</b>	<b>Approche globale de la résistance au gel en présence de sels d'un matériau cimentaire par essais performantiels.....</b>	<b>170</b>
3.2.1	Conditions d'exposition.....	170
3.2.2	Mesures de fréquence de résonance, gonflement, et écaillage .....	180
3.2.3	Répétabilité des mesures de perte de masse, fréquence de résonance et allongement relatif .....	183
3.2.4	Matériaux testés .....	185
3.2.5	Synthèse .....	197
<b>3.3</b>	<b>Proposition de mécanismes de dégradation .....</b>	<b>200</b>
3.3.1	Mode de solidification de la solution de surface .....	200
3.3.2	Mécanismes de dégradation par couche .....	202
3.3.3	Mécanisme de dégradation par éclats de surface.....	203
<b>Conclusions et perspectives</b>		<b>207</b>
<b>Références bibliographiques</b>		<b>211</b>
<b>Liste des figures</b>		<b>217</b>
<b>Annexes</b>		<b>225</b>
<b>Annexe 1</b>	<b>Définition des classes d'exposition</b>	<b>227</b>
<b>Annexe 2</b>	<b>Matériel d'analyse d'image</b>	<b>232</b>
<b>Annexe 3</b>	<b>Préparation des corps d'épreuve pour l'acquisition d'image</b>	<b>233</b>
<b>Annexe 4</b>	<b>Surface de pâte théorique / mesurée</b>	<b>245</b>
<b>Annexe 5</b>	<b>Essai d'écaillage selon la norme XP P 18-420</b>	<b>249</b>

---

<b>Annexe 6</b>	<b>Fiches techniques produits de la formule B1</b>	<b>261</b>
<b>Annexe 7</b>	<b>Résultats d'étude préalable sur la formule de béton B1</b>	<b>271</b>
<b>Annexe 8</b>	<b>Fabrication de la formule B3</b>	<b>275</b>
<b>Annexe 9</b>	<b>Essais de pénétration des ions chlorure</b>	<b>277</b>
<b>Annexe 10</b>	<b>Résultats d'essais d'écaillage des béton B1, B2 et B3</b>	<b>281</b>
<b>Annexe 11</b>	<b>Résultats détaillés de pénétration des Cl<sup>-</sup></b>	<b>287</b>
<b>Annexe 12</b>	<b>Loi de répartition log-normale des résultats d'essai</b>	<b>290</b>
<b>Annexe 13</b>	<b>Nouvelle interprétation du résultat d'écaillage</b>	<b>294</b>
<b>Annexe 14</b>	<b>Fiche technique produit du SIKA AER Solid</b>	<b>301</b>



# INTRODUCTION GENERALE

La connaissance ou l'estimation de la durée de vie des ouvrages est un enjeu majeur dans la décision de construire ou d'entretenir un ouvrage. Pour cela, une démarche d'approche performantielle permet d'optimiser le choix des matériaux en fonction de la durée de vie de l'ouvrage et de l'environnement dans lequel il est situé. Le guide [AFGC-Durabilité, 2004] définit trois grandes catégories de pathologies risquant de limiter l'exploitation d'un ouvrage. A l'exception d'un usage non conforme (accident, fatigue, etc.), la dégradation du matériau trouve principalement son origine dans : la pénétration d'agents agressifs, les réactions chimiques internes et l'exposition à des cycles de gel-dégel. En effet, l'action du froid sur un béton inadapté, peut fortement dégrader une structure et pénaliser l'exploitation dans des conditions de services attendues de l'ouvrage concerné. Mais les structures en région de haute montagne au climat hivernal ne sont pas les seules impactées par ces dégradations. En France, la viabilité hivernale des réseaux routiers et autoroutiers implique un épandage de sels fondants routiers à titre préventif et curatif. La présence des sels de déverglaçage, en combinaison avec les cycles de gel-dégel, aggrave les dégradations subies par le béton qui peuvent alors survenir même lorsque des températures minimales sont modérées.

Les premières observations de dégradation de béton exposé au froid datent de la fin des années 1920 avec la mise en place de la viabilité hivernale des « high roads » en béton au Nord des États-Unis. Dans les années 1940, l'examen des bétons composant ces infrastructures a permis d'identifier un béton non gélif. Ce dernier contenait un réseau de bulles d'air créé par la saponification de la chaux (la base) et de graisse animale (l'ester) utilisée pour les paliers d'un broyeur. La solution pratique assurant la pérennité d'un béton exposé à des cycles de gel-dégel a ainsi été découverte de manière accidentelle par l'intégration d'un produit générant un réseau d'air entraîné.

Durant cette même période, le premier mécanisme de dégradation d'un béton durci exposé à l'action du froid est conçu par Powers, avec la théorie des pressions hydrauliques. Il justifie le rôle protecteur des bulles d'air qui servent de vase d'expansion à la phase liquide contenue dans le matériau, mise en mouvement par pression lors de la transformation de l'eau en glace. Il estime dès cette période qu'un réseau de micro-bulles d'air espacées d'une demi-distance moyenne inférieure à 250  $\mu\text{m}$  dans la pâte cimentaire est protecteur pour un béton exposé à des cycles de gel-dégel. Même si les explications théoriques ont évolué, cette valeur fait encore référence dans la majorité des documents techniques encadrant la fourniture d'un béton résistant au gel.

En France, la constitution en 1987 du groupe de travail intitulé GRA (Groupe Rhône Alpes) comprenant des maîtres d'œuvre et des laboratoires privés et publics, a permis de formaliser en 1992 les premières « *Recommandations spécifiques à l'élaboration des bétons pour les parties d'ouvrage non protégées des intempéries et soumises à l'action du gel* ». Parallèlement à ces premières réflexions, la participation des laboratoires aux études expérimentales a permis d'encadrer la rédaction et l'homologation de normes spécifiques sur les essais performantiels de résistance au gel interne et à l'écaillage.

Les membres du GRA et un groupe de travail de l'ex-LCPC ont publié en 2003 les « *Recommandations pour la durabilité des bétons durcis soumis au gel* » [Recommandations gel, 2003]. Ce document est applicable à différentes catégories de bétons : bétons traditionnels, bétons à hautes performances, bétons à démoulage immédiat ou moulés sur site par machine à coffrage glissant et bétons projetés. A la date de la rédaction du présent mémoire, ce guide technique fait généralement référence lors de la rédaction de marchés publics nécessitant la fourniture de bétons exposés au gel.

Ces recommandations ont contribué à généraliser l'amélioration de la formulation des bétons exposés au gel. Cependant, la fourniture d'un béton répond à des contraintes générales parmi lesquelles :

- le comportement mécanique du matériau lié au fonctionnement d'une structure en béton non armé, armé ou précontraint,
- la région de l'implantation de l'ouvrage et l'offre possible en matériaux constituants du béton (ciment, granulats, etc.) car le transport n'est généralement pas une solution économiquement viable,
- les méthodes de construction (type de coffrage ou de moulage, densité du ferrailage, etc.) et de bétonnage (pompage, compactage, projection par voie sèche ou humide, etc.).

L'exposition à des cycles de gel-dégel en présence de sels n'est pas prise en compte de manière isolée mais elle est intégrée aux contraintes générales en amont des études de formulation. Des prescriptions complémentaires sont apportées sur la fourniture des matériaux et leur proportion constituant la formule de béton. Les propriétés du béton durci sont ensuite validées par des essais laboratoire adaptés et en particulier, par la vérification de la présence de l'air entraîné dans la pâte cimentaire et l'essai performantiel d'écaillage.

Malgré l'ajout d'un réseau de bulles d'air dans la pâte cimentaire, on constate *in situ* ou lors de la réalisation d'essais en laboratoire que la surface d'un béton exposé à une solution contenant des sels de déverglaçage peut subir d'importantes dégradations. Ainsi, lorsqu'un béton est exposé à des cycles de gel-dégel répétés, on distingue deux types de dégradations :

- le gel interne qui apparaît dans la masse du matériau et se traduit par une microfissuration de la pâte cimentaire et un gonflement résiduel du matériau,
- l'écaillage qui est une dégradation de surface, avec une perte de masse progressive ou par éclats.

Les essais laboratoire, exposant des corps d'épreuve en béton à des cycles de gel-dégel accélérés, permettent d'évaluer la résistance d'un béton face à ces deux formes de détériorations. Si la communauté scientifique s'accorde sur les essais permettant de caractériser la détérioration par le gel interne et l'aspect protecteur d'un réseau de bulles d'air, l'écaillage est encore abordé par diverses procédures expérimentales qui ne font pas consensus et ont peu évolué depuis le milieu des années 1990.

Face à cette approche expérimentale, la recherche sur les mécanismes de détérioration des matériaux exposés au gel connaît un rebond depuis le début des années 2000 avec, par exemple, l'introduction de la poro-mécanique [Coussy, 2010]. La prise en compte des phénomènes thermodynamiques et mécaniques dans les milieux saturés voire partiellement saturés permet l'apport de nombreuses explications sur le gel interne.

Par contre, l'écaillage ne disposait pas de modèle de détérioration satisfaisant jusqu'à la récente théorie du « glue spalling » développée par [Valenza & Scherer, 2007-2]. Ce modèle de détérioration prend en compte la solidification d'une solution contenant du chlorure de sodium à la surface d'un matériau cimentaire exposé à des cycles de gel-dégel, et apporte des résultats cohérents avec les observations expérimentales réalisées sur ce mode de dégradation.

Cependant, les connaissances théoriques et expérimentales sur le comportement d'un béton durci exposé à des cycles de gel-dégel en présence de sels ne permettent pas de valider des paramètres ou des méthodes, qualifiant ou quantifiant les mécanismes en jeu. Aussi, on ne dispose pas de résultats prédictifs sur les dégradations induites au cours du temps sur un matériau.

Ainsi, la validation technique de la résistance au gel en présence de sels n'est pas optimisée en fonction du matériau, des conditions environnementales et de la durée de vie de l'ouvrage, ce qui ne permet pas d'intégrer cette thématique dans une approche performantielle [Baroghel-Bouny & al., 2002] et [Baroghel-Bouny & al., 2004]. Par ailleurs, un béton qui respecte les spécifications prescriptives adaptées et qui présente un réseau de bulles d'air protecteur suffisant peut subir des détériorations importantes durant un essai performantiel d'écaillage. Aucun élément technique ne permet alors d'orienter la modification de la formule de béton.

L'objectif des travaux reportés dans ce manuscrit est d'améliorer la connaissance des outils de caractérisation de la résistance au gel d'un béton en présence ou non de sels.

Les deux essais principaux, réalisés en laboratoire et permettant de caractériser la résistance au gel en présence de sels du béton, ont servis de base au démarrage des travaux menés dans le cadre de ce projet. Il s'agit de l'évaluation du réseau de bulles d'air dans la pâte cimentaire permettant d'assurer la résistance au gel interne et de l'essai performantiel d'écaillage. Les matériaux testés sont des bétons traditionnels<sup>1</sup> au sens de [Recommandations gel, 2003] et des coulis et mortiers constitués de ciments de Portland ordinaire.

Après avoir mieux cerné la validité et les limites d'emploi des résultats de ces deux essais normalisés, l'objectif a été orienté vers la caractérisation de la gélivité d'un matériau cimentaire au travers d'une approche globalisée. La démarche repose sur l'enchaînement des étapes suivantes :

- identifier la phénoménologie de la détérioration,
- créer une correspondance entre la phénoménologie et un ou plusieurs mécanismes de détérioration.
- relier ces mécanismes à des paramètres identifiables sur les propriétés du matériau ou conditions d'exposition.

Le troisième point est présenté dans l'esprit d'une démarche complète mais il n'est pas traité dans ces travaux. Par ailleurs, les différents modèles et théories sur les matériaux cimentaires soumis à des cycles de gel-dégel ne sont pas présentés dans ce document. Le lecteur pourra consulter les récents travaux de thèse de Qiang Zeng [Zeng, 2011] qui détaille et compare les différentes théories de 1940 à nos jours.

Dans le premier chapitre, la revue bibliographique est étendue à l'environnement abordé. Deux domaines sont à prendre en compte lors de la réalisation de ces essais : le changement de phase d'une solution contenant du chlorure de sodium et les propriétés de la pâte cimentaire d'un béton durci. Ensuite, ce chapitre retrace les origines techniques des prescriptions ainsi que les essais actuellement appliqués sur la fourniture d'un béton traditionnel résistant au gel en France. Ces spécifications générales se positionnent dans un contexte technico-réglementaire national complexe en raison du nombre de documents à prendre en compte. Cette complexité est accrue par l'existence d'une diversité d'essais performantiels spécifiques applicables sur des produits en béton.

Le second chapitre est scindé en trois sections bien distinctes. La première (section 2.2) aborde la caractérisation du réseau de bulles d'air dans un béton durci, traditionnellement évaluée par une méthode de comptage par points issue de la norme américaine ASTM C457. On présente deux méthodes, basées sur l'analyse d'image, l'une permet d'évaluer la proportion de pâte cimentaire dans un échantillon de béton durci et l'autre d'identifier le réseau de bulles d'air dans ce même

---

<sup>1</sup> Ce qui exclut en particulier les bétons contenant de fortes teneurs en additions minérales, les bétons auto-plaçants, les bétons à hautes ou très hautes performances, les bétons fibrés ultra-performant, les bétons projetés, etc.



échantillon. Ces deux mesures permettent de finaliser le calcul de la demi-distance entre deux bulles d'air, aussi appelée facteur d'espacement ou  $L_{\text{barre}}$ , selon la norme NF EN 480-11. Les mesures comparatives entre le comptage par points et la méthode automatisée par analyse d'image sont réalisées sur 22 échantillons de béton durci, ce qui permet d'évaluer les écarts entre les deux méthodes.

La seconde section (section 2.3) présente les résultats d'essais d'écaillage selon la norme XP P 18-420 obtenus lors de trois campagnes expérimentales sur béton durci. L'objectif de cette section est de mieux comprendre le comportement du béton lors de la réalisation de cet essai et en particulier :

- de caractériser la dispersion de l'essai normalisé français,
- d'évaluer l'influence du chlorure de sodium contenu dans la solution d'exposition sur les pertes de masse en surface,
- de vérifier l'existence ou l'absence de lien entre la pénétration des ions chlorure et la perte de masse en surface.

Afin d'être représentatif, les trois formules de béton traditionnels présentent une amplitude de résultat étendue et sont testées sur un nombre important d'échantillons afin de qualifier la représentativité des résultats obtenus.

Dans une troisième section (section 2.4), une approche globale de la résistance des matériaux cimentaires exposés à des cycles de gel en présence de chlorure de sodium est réalisée au travers d'une étude comparative combinant des paramètres de formulation du matériau d'exposition et des paramètres d'exposition. L'évolution de la résistance au gel interne des corps d'épreuve est alors caractérisée par des mesures de fréquence de résonance et d'allongement relatif au cours de l'exposition aux cycles de gel-dégel.

Les résultats précédemment obtenus sont étudiés dans le troisième chapitre. Dans la section 3.1, les résultats expérimentaux obtenus sur les deux principaux essais normalisés, le premier caractérisant le réseau de bulles d'air, le second, la résistance à l'écaillage, sont analysés puis repositionnés dans le contexte opérationnel actuel.

La section 3.2 présente une analyse sur l'approche globale de la résistance au gel-dégel d'un matériau cimentaire. Les paramètres potentiellement influents sont traités individuellement, puis une analyse transversale met en relief les résultats et les constatations majeures.

Enfin, dans la section 3.3 on propose deux mécanismes de détérioration par écaillage. Ces mécanismes intègrent la solidification d'une solution contenant du chlorure de sodium à la proximité de la paroi d'un corps d'épreuve.

# Chapitre 1

## PHENOMENOLOGIE DU GEL DES BETONS : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

### SOMMAIRE

<b>Introduction générale</b>	<b>13</b>
<b>Chapitre 1 Phénoménologie du gel des bétons : revue bibliographique</b>	<b>17</b>
<b>1.1 Les matériaux cimentaires</b> .....	<b>19</b>
1.1.1 Les différentes phases du béton durci .....	19
1.1.2 Structure de la pâte de ciment hydraté .....	19
1.1.3 L'eau contenue dans un béton.....	25
<b>1.2 Changement de phase des solutions contenant des sels</b> .....	<b>27</b>
1.2.1 Formation de glace .....	27
1.2.2 Diagramme des phases du système NaCl-H <sub>2</sub> O .....	29
1.2.3 Formation de glace d'eau de mer.....	32
1.2.4 Front de solidification des suspensions colloïdales .....	33
1.2.5 Interface glace-béton .....	35
<b>1.3 Détérioration des géomatériaux exposés à des cycles de gel-dégel</b> .....	<b>36</b>
1.3.1 Gel interne .....	37
1.3.2 L'écaillage .....	42
1.3.3 Paramètres d'influence de la résistance au gel et à l'écaillage.....	47
1.3.4 Analogie avec la détérioration des roches .....	51
<b>1.4 Essais en laboratoire de caractérisation de la résistance au gel-dégel et à l'écaillage</b> .....	<b>54</b>
1.4.1 Essais performantiels de résistance au gel des bétons .....	54
1.4.2 Caractérisation de l'air contenu dans un béton .....	56
1.4.3 Essais performantiels de résistance à l'écaillage .....	60
1.4.4 Autres essais de résistance au gel-dégel applicables en France.....	63
<b>1.5 Exposition des ouvrages et spécification des bétons</b> .....	<b>65</b>
1.5.1 Définition des classes d'exposition .....	65
1.5.2 Les essais à réaliser sur un béton exposé au gel.....	65
<b>1.6 Synthèse sur la phénoménologie de l'exposition des bétons aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels</b> .....	<b>67</b>
<b>Chapitre 2 Étude expérimentale</b>	<b>71</b>
<b>Chapitre 3 Analyse des résultats</b>	<b>157</b>
<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>207</b>
<b>Références bibliographiques</b>	<b>211</b>

<b>Liste des figures</b>	<b>217</b>
<b>Annexes</b>	<b>225</b>

## 1.1 LES MATERIAUX CIMENTAIRES

Le béton est un matériau composite constitué de granulats liés avec une pâte cimentaire. La pâte cimentaire est issue du mélange d'eau et d'un liant hydraulique, le ciment Portland, qui, par réaction chimique en présence d'eau, produit des hydrates stables. Sa composition chimique complexe est constituée de plusieurs phases minérales solides (cristallines ou amorphes). Le béton est un géomatériau cohésif et présente de nombreuses similitudes avec les sols et les roches.

### 1.1.1 LES DIFFERENTES PHASES DU BETON DURCI

Une fois durci, les caractéristiques observées à chacune des échelles présentées dans la Figure 1.1 apportent des informations qui nous renseignent sur les propriétés du béton. Qu'il s'agisse d'études expérimentales ou de modélisations, identifier l'échelle d'observation et y associer un volume élémentaire représentatif est indispensable car, le plus souvent dans le béton, les résultats obtenus sur ce volume élémentaire représentatif ne sont pas directement transposables aux autres échelles d'observation.

Multi-scale approach of the mechanical properties of concrete

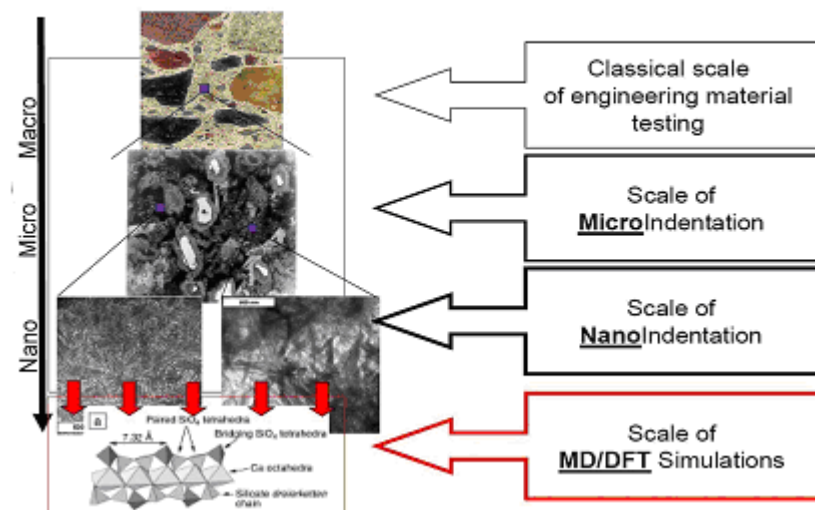


Figure 1.1 Différentes échelles caractéristiques d'analyse du béton [Damido, 2008]

Le volume macroscopique du béton durci est approximativement constitué de 60 à 75% de granulats, de 20 à 30% de pâte cimentaire et de 2 à 10% de vides d'air.

### 1.1.2 STRUCTURE DE LA PATE DE CIMENT HYDRATE

Les caractéristiques intrinsèques de la pâte cimentaire dépendent de sa constitution chimique initiale mais également des adjuvants contenus dans la formulation du béton, des quantités et des propriétés des granulats, des paramètres de fabrication (malaxage, compactage), des conditions de cure, et des conditions de mûrissement (taux d'hydratation évoluant dans le temps).

L'ensemble de ces paramètres influe de manière importante sur l'hydratation de la pâte cimentaire.

<b>Dénomination</b>	<b>Notation cimentaire</b>	<b>Oxydes</b>	<b>Proportion</b>
Silicate tricalciques (alite)	$C_3S$	$3CaO.SiO_2$	60 à 65%
Silicate bicalcique (bélite)	$C_2S$	$2CaO.SiO_2$	10 à 20%
Aluminate tricalcique	$C_3A$	$3CaO.Al_2O_3$	8 à 12%
Aluminoferrique tétracalcique	$C_4AF$	$4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$	8 à 12%

Figure 1.2 Principaux composants d'un clinker de ciment de Portland

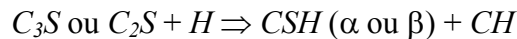
Un ciment Portland artificiel est composé d'environ 95% de clinker (calcination puis broyage d'un mélange d'acide silicique d'alumine, d'oxyde de fer et de chaux) et de 5% de sulfate de calcium. Les principaux constituants du clinker (suivant la formule de Bogue) sont reportés dans le tableau de la Figure 1.2.

Le ciment contient également des sulfates, des alcalins, des fillers calcaires et des impuretés en moindre quantité.

#### 1.1.2.1 Hydratation de la pâte cimentaire

Un ciment est un composé polyphasé et la réaction thermodynamique d'hydratation est spécifique à chaque phase. Les composés hydratés formés sont amorphes ou présentent une structure nanocristalline, ce qui rend leur étude particulièrement complexe. Seules les propriétés de stabilité des différentes phases sont sommairement présentées ci-après.

Les silicates de calcium produisent, lors de l'hydratation en présence d'eau, des silicates de calcium hydratés (CSH) et de la portlandite :



Cette présentation sous la forme de notation cimentaire est une abréviation des notations chimiques où on utilise l'initiale des oxyde au lieu des symboles chimiques classiques : *C* pour  $CaO$ , *S* pour  $SiO_2$ , *H* pour  $H_2O$ , *A* pour  $Al_2O_3$  et *F* pour  $Fe_2O_3$ . Voir le tableau de la Figure 1.2 pour la correspondance d'écriture des principaux oxydes en notation chimique ou cimentaire.

Le *CSH* est un composé amorphe stable (dit gel de *CSH*). Lors de l'hydratation, des *CSH* de différente densité ( $\alpha$  et  $\beta$ ) se forment en fonction de leur accès à l'eau. De manière générale, les *CSH* ont une forte densité et une surface spécifique élevée accompagnée d'une forte densité de charge en surface. Les propriétés de surface des *CSH* sont supérieures aux propriétés internes :

- un pH élevé avec une ionisation importante et la forte densité de charge sur les *CSH* assure une bonne cohésion du matériau,
- les *CSH* sont peu solubles (quelques  $\mu\text{mol/L}$  soit de l'ordre de  $1 \text{ mg/L}$ ) en comparaison de la portlandite, cependant si le pH chute au-dessous de 10, sa solubilité augmente.

Des deux silicates hydratés, la portlandite (*CH*) est le composé le moins « stable ». Cette structure cristalline hexagonale est la phase la plus soluble :  $22 \text{ mmol/L}$  à  $25^\circ\text{C}$  soit  $1,6 \text{ g/l}$ , ce qui équivaut à un pH = 12,6. Cette phase maintient un pH élevé de la solution interstitielle.

L'apport de  $CO_2$  provoque une carbonatation du béton et produit du  $CaCO_3$  (calcite ou carbonate de calcium).

L'hydratation des aluminates tricalciques ( $C_3A$ ) forme, après dissolution et quelques étapes de transformation, et en présence de sulfate, le trisulfoaluminate de calcium hydraté ou ettringite ( $C_6A_3\bar{S}_3H_{32}$  où  $\bar{S}$  représente  $SO_4$  en notation cimentaire). Les aluminoferrites tétracalciques ( $C_4AF$ ) conduisent sensiblement au même type de composé en remplaçant une partie des ions  $Al^{3+}$  par des ions  $Fe^{3+}$ . Ces éléments sont regroupés sous la dénomination d'Afm, aluminat de calcium hydraté ( $C_3A, CX$ ) en raison des similitudes structurelles avec la portlandite. De structure différente des Afm les composés de type ettringite sont notés Aft.

Les quantités d'hydrates formés dépendent essentiellement du rapport E/C et du degré d'hydratation. La proportion des composés formés dans la pâte de ciment durcie est la suivante :

- 50 à 70% de  $CSH$
- 25 à 30% de  $CH$
- faible proportion de Afm et Aft

En fin d'hydratation, la pâte contient :

- des hydrates,
- des grains de ciment anhydre, car l'hydratation n'est jamais complète,
- de l'eau libre et de l'eau liée à la matrice cimentaire,
- un réseau poreux.

On notera que le retrait chimique lors de l'hydratation est relativement bien connu avec l'étude de la pâte cimentaire issue de coulis de ciment. Les études sur les mortiers et les bétons donnent des résultats à l'échelle macroscopique mais l'analyse microscopique de ces matériaux reste délicate en raison de l'hétérogénéité de la pâte cimentaire (voir 1.1.2.3). Ce retrait peut générer un réseau de fissurations qui peut avoir une influence lorsque le matériau saturé est soumis à des cycles de gel-dégel.

### 1.1.2.2 Porosité

La porosité de la pâte cimentaire des bétons est constituée de plusieurs familles de vides comprises entre quelques millimètres et quelques nanomètres.

Un volume apparent de béton peut être décomposé en différents volumes :

- solide,
- pores ouverts (communicant vers l'extérieur), parmi lesquels on peut distinguer les connectés à d'autres pores et les non-connectés,
- pores fermés.

Dans cette répartition le volume apparent ne peut être traversé par un liquide qu'au travers des pores ouverts connectés.

Par ordre décroissant on retrouve dans la Figure 1.3 :

- les défauts de compactage et les vides d'air piégés,
- les bulles d'air entraînées (quelques  $\mu m$  à quelques mm),
- les pores capillaires (quelques dizaines de nanomètres à quelques  $\mu m$ ) sont les espaces inter-granulaires créés par la consommation d'eau lors de l'hydratation,
- les pores formés à l'intérieur des produits d'hydratation (parfois appelés pores de gel).

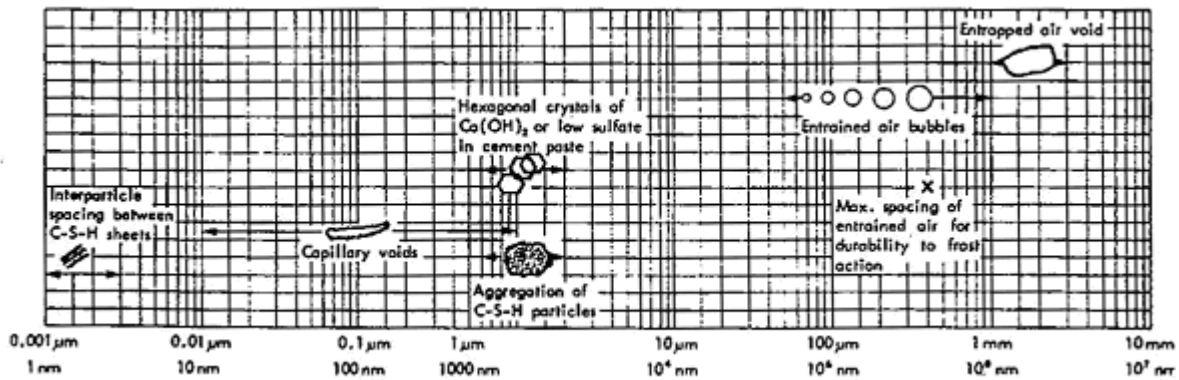


Figure 1.3 Échelle de la taille des pores dans la pâte de ciment hydraté [Metha & Monteiro, 1986]

La dimension et l'interconnexion des pores leur confèrent un rôle majeur dans les propriétés de transfert et la durabilité des bétons.

Le volume poreux et ses connexions sont fonction de l'âge et donc du degré d'hydratation mais également du rapport E/C, comme mis en évidence dans la Figure 1.4.

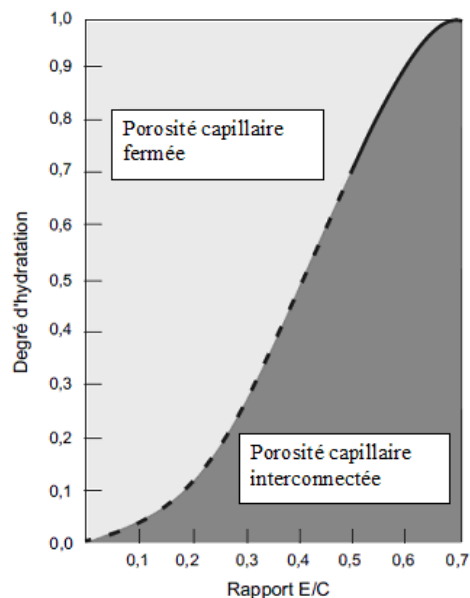


Figure 1.4 Influence du rapport E/C et du degré d'hydratation sur la continuité des pores capillaires, d'après [Powers, 1959] repris par [Durabilité des bétons, 2008]

La perméabilité dépend de la complexité de la microstructure de la porosité ouverte connectée. De fait, les mesures expérimentales sont souvent difficiles à interpréter.

### 1.1.2.3 La zone interfaciale de transition

La structure de la pâte cimentaire est différente dans un coulis de ciment, un mortier ou un béton. Une Z.I.T. (Zone Interfaciale de Transition), parfois appelée auréole de transition comme l'illustre la Figure 1.5, se forme entre la pâte identique à celle du coulis de ciment et les agrégats. Les produits d'hydratation sont moins denses dans cette zone [Farran, 1956]. Pour [Maso, 1980] et [Scrivener & Pratt, 1994], l'arrangement des particules de ciment anhydre est moins compact à l'approche de la paroi des granulats. Le résultat est un ratio E/C localement plus fort et donc une

porosité plus importante en fin d'hydratation. [Scrivener & Nemat, 1996] ont estimé par analyse d'images SEM-DES que l'épaisseur de la Z.I.T. est comprise entre 35 et 45  $\mu\text{m}$  en fonction du type de ciment utilisé.

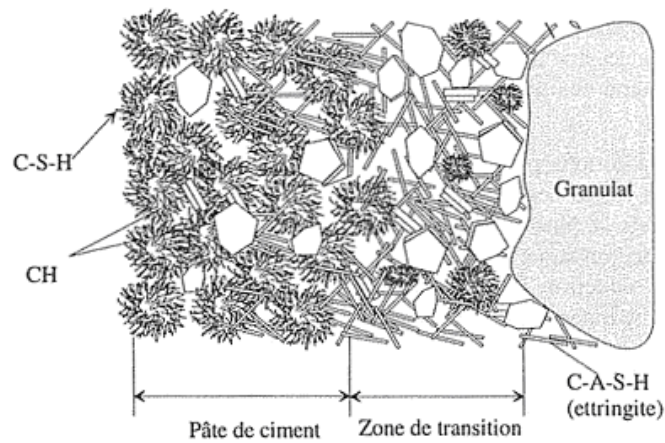


Figure 1.5 Représentation schématique de l'auréole de transition [Chanvillard, 1999]

Pour un mortier, la porosité de la pâte cimentaire ( $\phi_{bp}$ ) est approximativement de 2 à 3 fois plus faible que celle de la Z.I.T. ( $\phi_{tz}$ ). Le rapport  $Q = (\phi_{tz}/\phi_{bp})$  dépend, entre autre, de la granulométrie du sable employé. Alors que ( $\phi_{bp}$ ) évolue peu pour un béton après un mois d'hydratation, ( $\phi_{tz}$ ) décroît au cours du temps. [Bourdette & al., 1995] ont montré que le rapport  $Q$  pouvait décroître de 2 à 1,4 en passant de 1 à 6 mois d'hydratation.

L'interconnexion des auréoles de transition entourant les granulats génère une nouvelle famille de pores connectés. Ainsi, par percolation, cette famille de pores, dont le diamètre est compris entre 0,1  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ , apparaît avec la présence des granulats dans le mortier, comme le présente le graphe de la Figure 1.6.

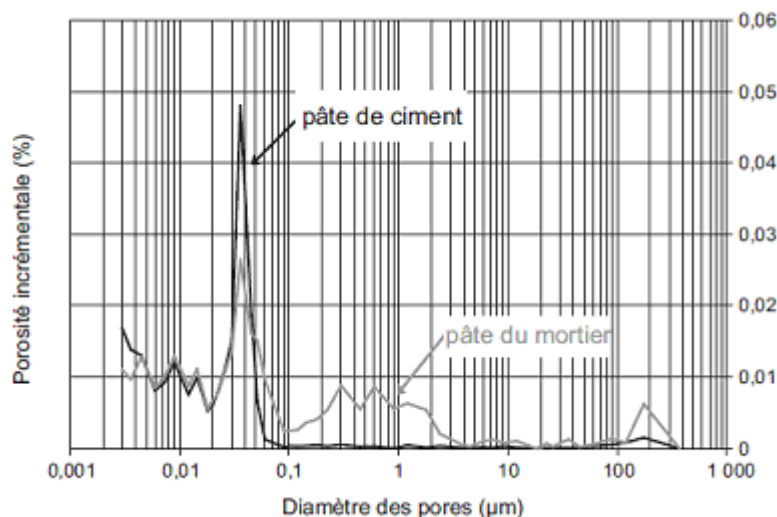


Figure 1.6 Structure poreuse d'une pâte de ciment de type CEM I et d'une pâte d'un mortier confectionné avec le même ciment ( $E/C=0,4$  ; 3 mois) [Bourdette & al., 1995]

La Z.I.T modifie fortement l'ensemble des propriétés de transfert : coefficients d'absorption, de diffusion d'agents agressifs, etc.

L'ensemble de ces éléments permet de conclure que pour un même rapport  $E/C$ , la comparaison



des propriétés de résistance au gel ou à l'écaillage entre une pâte cimentaire, un mortier et un béton nécessite, entre autres, la prise en compte des différences de propriétés de transferts entre les matériaux.

#### 1.1.2.4 Particularité du béton de peau

Les premiers millimètres du béton ont des caractéristiques différentes du béton à cœur pour des raisons évidentes liées à la présence du coffrage ou d'une surface libre (arrangement granulaire), à l'huile de décoffrage, à la cure, à l'évaporation, au séchage, à la fissuration, etc. On distingue deux types de béton de peau :

- face en contact avec le coffrage,
- face arasée, en contact immédiat avec l'atmosphère ou le dispositif de cure.

La connaissance de la microstructure de peau du béton est essentielle dans la compréhension des phénomènes d'écaillage et de pénétration des ions chlorure, que ce soit depuis une surface coffrée qui est le cas d'une éprouvette soumise à l'essai d'écaillage pour l'essai français ou d'une surface libre qui peut correspondre à certains cas *in situ*.

La peau et le cœur du béton présentent des différences importantes de porosité, à la fois en terme de porosité totale et de distribution de la taille des pores. Mais, les modifications ne sont pas identiques lorsque l'on compare un béton à cœur avec une surface coffrée et une surface libre.

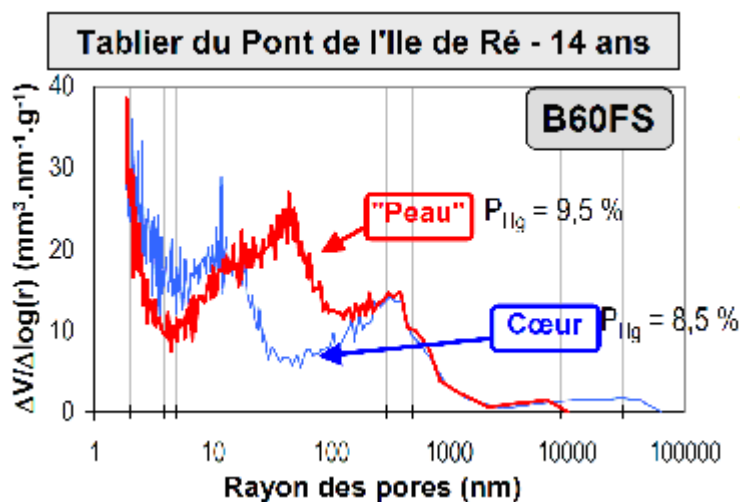


Figure 1.7 Porosité à peau et à cœur du béton [Baroghel Bouny, 2004]

Comme l'indique la Figure 1.7, des essais au porosimètre à mercure montrent des pores de dimension plus importante dans la peau des bétons. Ceci peut être dû à un rapport E/C localement plus élevé ou à des conditions d'hydratation moins favorables qu'à cœur.

Contrairement aux résultats précédents, les faces coffrées peuvent être significativement plus compactes et les pores de plus petites dimensions [Durabilité des bétons, 2008], comme indiqué dans la Figure 1.8. Ceci peut être lié à un compactage plus important à proximité du fond de moule plutôt qu'à cœur ou bien à une hydratation modifiée à l'approche d'une face coffrée (pas d'évaporation et accumulation d'eau). Cette tendance est confirmée par les résultats des porosités au mercure réalisées lors de la campagne expérimentale de cette étude.

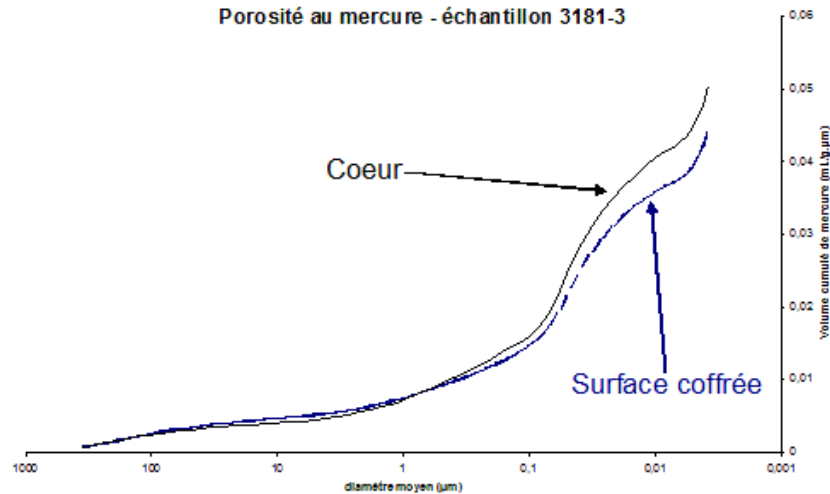


Figure 1.8 Béton B1 – Différence des volumes poreux à cœur et en surface sur une éprouvette vibrée dans le cadre des essais d'écaillage

Sur cette éprouvette le volume poreux est de 10,64% à cœur et de 9,72% à la surface.

### 1.1.3 L'EAU CONTENUE DANS UN BETON

#### 1.1.3.1 Proportion d'eau au cours de l'hydratation

Le modèle proposé par [Powers & Brownyard, 1948] décrit de manière théorique l'évolution des fractions volumiques des hydrates, des anhydres, de l'eau et des pores au cours de l'hydratation. L'hypothèse principale de ce modèle est que la porosité des hydrates est indépendante du degré d'hydratation et du rapport E/C. Elle est constante et égale à 28%.

D'un point de vue chimique, un rapport E/C=0,22 suffit pour hydrater un ciment. Mais la stabilité physico-chimique nécessite un rapport E/C minimal de 0,42. En effet, pour que la réaction d'hydratation se poursuive, une certaine quantité d'eau doit être adsorbée par les hydrates (eau de pores de gel) sans que celle-ci ne soit liée chimiquement.

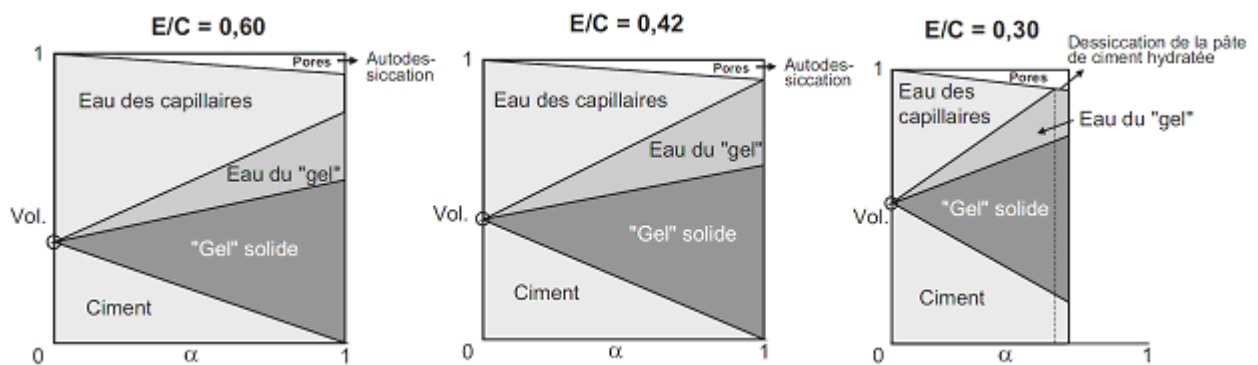


Figure 1.9 Évolution des volumes des produits en cours d'hydratation (sans apport d'eau extérieure) d'après [Jensen & al., 2000], repris dans [Durabilité des bétons, 2008]

Au cours de l'hydratation, les hydrates occupent un volume inférieur à celui du ciment et de l'eau qui réagissent ensemble pour les former (rapport stœchiométrique de 0,9). Ce phénomène de contraction a été mis en évidence par Le Chatelier à la fin du 18<sup>ème</sup> siècle et il est facilement

observable pour des rapports E/C inférieurs à 0,42 où l'hydratation reste incomplète.

Dans les pâtes cimentaires de rapport E/C > 0,42, une fois l'hydratation du ciment achevée, le surplus d'eau demeure dans les pores capillaires.

Le rapport E/C est un paramètre essentiel dans la création du volume poreux mais également dans la connexion de ce dernier, tel qu'indiqué dans la Figure 1.9.

### 1.1.3.2 Distribution de l'eau dans la microstructure durcie

Dans la pâte de ciment hydraté, l'eau est présente sous diverses formes. En fonction de son état, elle intervient différemment dans les phénomènes de durabilité, qu'il s'agisse du gel-dégel ou de la pénétration d'ions chlorure.

Le modèle présenté par [Feldman & Sereda, 1970] et illustré dans la Figure 1.10 propose de classer l'eau contenue dans l'unité structurale des CSH en 3 catégories qui sont, par ordre décroissant d'énergie de liaison avec le solide :

- l'eau hydroxyle ou combinée chimiquement. Elle représente environ 23% du poids de ciment hydraté. Elle est très stable et ne peut s'évaporer qu'à très haute température ;
- l'eau inter-feuillet qui n'est pas chimiquement liée à la surface du solide mais retenue entre les feuillets de CSH par des liaisons hydrogènes. Pour l'évaporer, le taux d'humidité doit s'abaisser au-dessous de 30% ;
- l'eau adsorbée à la surface des parois (capillaires ou pores de gel). Une grande partie de l'eau adsorbée peut-être supprimée si le taux d'humidité est inférieur à 50%.

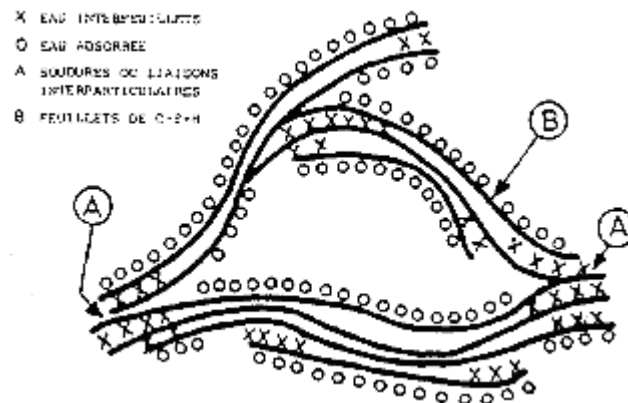


Figure 1.10 Modèle de [Feldman & Sereda, 1970] modifié par [Sierra, 1980]

L'eau dans les capillaires correspond à l'eau qui n'a pas réagi avec le ciment (cf. Figure 1.9, cas E/C > 0,42). On peut différencier l'eau libre contenue dans les plus gros capillaires ( $> 5 \mu\text{m}$ ) et l'eau retenue par tension capillaire ( $0,05 \mu\text{m} < \phi_{\text{capillaires}} < 5 \mu\text{m}$ ). Le taux d'humidité doit-être inférieur à 90% pour que l'eau contenue dans les capillaires commence à s'évaporer.

L'eau fortement combinée à la structure et en particulier l'eau hydroxyle est considérée comme non gelable. Elle représente environ 0,1% du poids de la pâte. L'eau libre est celle qui intervient dans la durabilité des bétons (propriétés de transfert et résistance au gel-dégel éventuellement en présence de sel). L'eau absorbée constitue une partie de l'eau gelable. Mais aucun document ne statue sur la possible participation de tout ou partie de l'eau interfeuillet à l'eau gelable.

## 1.2 CHANGEMENT DE PHASE DES SOLUTIONS CONTENANT DES SELS

Il ne s'agit pas de développer dans cette partie une bibliographie exhaustive de la physique de la cristallisation mais simplement d'apporter un éclairage sur le changement de phase d'une solution aqueuse de NaCl. Pour de plus amples détails sur la formation de glace, le lecteur pourra se reporter à des ouvrages généraux ou à [Fen-Chong, 2008] (Annexes A et B).

Lors du changement de phase d'une solution contenant des suspensions colloïdales, la glace qui se forme est composée d'eau pure et rejette ou emprisonne toutes les suspensions en fonction de la vitesse du front de solidification. Deux domaines présentent des analogies avec la solidification d'un système NaCl-H<sub>2</sub>O et seront présentés dans cette partie. D'une part, la formation de la glace de mer sur les océans dont les mécanismes sont décrits par les glaciologues et les physiciens. D'autre part, la recherche sur la synthèse de matériaux poreux par des méthodes de *freeze-casting* dont une part des techniques consiste à maîtriser la structure de regroupement du soluté présent dans le solvant lors du changement de phase.

[Robinson & al., 2006] aborde un autre aspect du changement de phase d'une solution électrolytique qui est la modification du pH avec la température. Les mesures qu'ils ont effectuées indiquent une augmentation de la basicité avec l'abaissement de la température. D'après les auteurs, ce mécanisme ne suivrait pas une évolution linéaire avec la concentration du soluté car la basicité serait plus importante pour des solutions plus diluées. Par ailleurs, des modifications de pH sont observées sous la température eutectique, ce qui signifie que le mécanisme est actif malgré la solidification de l'ensemble des phases. Cette thématique ne sera pas prise en compte dans cette étude car peu d'informations sont disponibles sur ce phénomène qui pourrait cependant avoir des conséquences sur le mécanisme de détérioration par écaillage des bétons.

### 1.2.1 FORMATION DE GLACE

En se solidifiant l'eau peut se transformer, selon les conditions de température et de pression, en 15 variétés allotropiques de glace qui diffèrent par leur structure cristallographique (cf. Figure 1.11) En condition de pression atmosphérique, l'eau se solidifie à 273,13 K sous la forme d'un réseau cristallin de maille hexagonale appelée 1h qui intéresse la suite de cette étude.

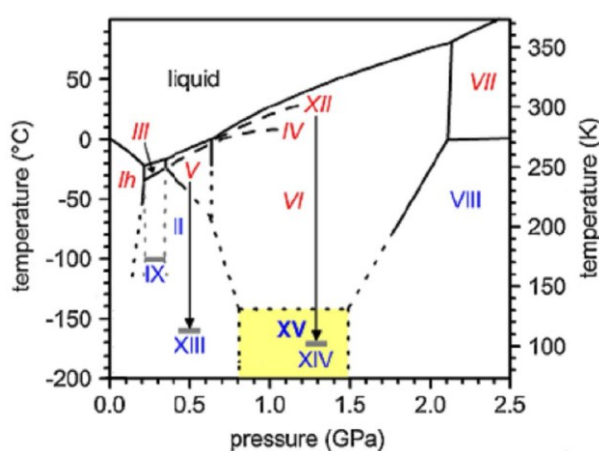


Figure 1.11 Diagramme des phases de l'eau [Salzmann & al., 2009]

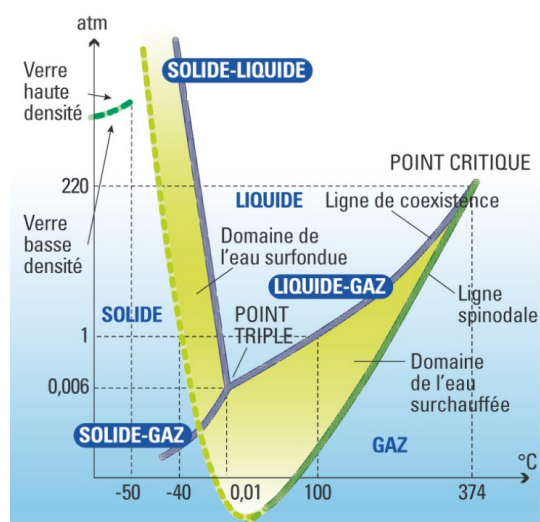


Figure 1.12 Métastabilités de l'eau [Teixeira, 2001]

Dans la structure cristallographique de la glace 1h, les molécules d'eau sont ordonnées suivant un arrangement hexagonal de l'atome d'oxygène des molécules d'eau. Dans cette structure cristalline hexagonale, 6 positions sont possibles pour la molécule d'eau.

Dans la Figure 1.13 et la Figure 1.14, les atomes d'oxygène sont représentés par les cercles blancs ou gris, les atomes d'hydrogène par les points noirs. La zone ABCDEFGH représente la cellule élémentaire de la structure (les atomes d'oxygène gris sont les atomes appartenant à cette cellule). Un des axes de symétrie d'ordre six de la maille est représenté par la ligne BF.

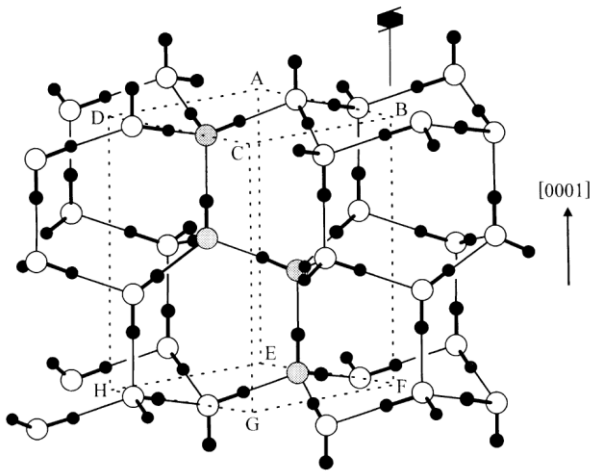


Figure 1.13 Structure cristalline hexagonale de la glace 1h d'après [Petrenko, 1999]

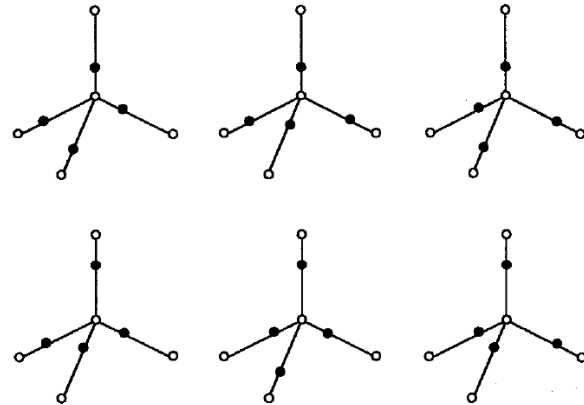


Figure 1.14 Six orientations possibles pour la molécule d'eau dans la structure cristalline 1h [Petrenko, 1993]

La structure hexagonale des atomes d'oxygène dans la glace peut présenter des défauts ponctuels d'arrangement des atomes d'oxygène. Ces défauts sont de différents types :

- lacunes, défauts interstitiels, atomes de substitution,
- linéaires (dislocations),
- planaires (fautes d'empilement).

Les dislocations sont des perturbations de l'arrangement périodique du réseau des atomes d'oxygène. [Glen & Perutz, 1954] ont établi que la déformation viscoplastique d'un cristal de glace est principalement due au glissement de dislocations contenues dans le plan de base.

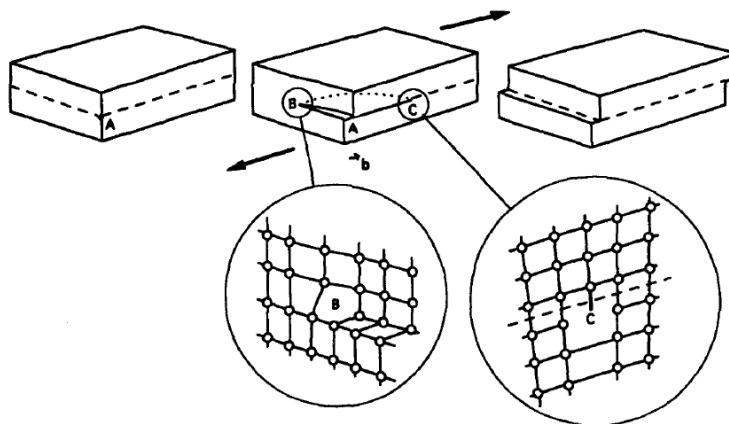


Figure 1.15 Glissement d'une dislocation mixte BC, composée d'une partie vis (B), et d'une partie coin (C) d'après [Petrenko & Whitworth, 1994]

Dans un monocristal de glace, les dislocations peuvent bouger lors de l'application d'une contrainte de cisaillement faible (inférieure à 0,01 MPa) [Duval & al., 1983]. Si cette contrainte est appliquée dans le plan basal, à une température de  $-10^{\circ}\text{C}$ , le déplacement peut atteindre un ordre de grandeur de  $3 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Ces mouvements issus de contraintes de cisaillement participent peu à la déformation globale mais peuvent permettre la relaxation locale d'un champ de contrainte.

Un des éléments déterminants lors de la transition de phase est l'évolution de la densité qui passe de  $999,8 \text{ kg/m}^3$  pour l'eau liquide à  $4^{\circ}\text{C}$  à  $916,5 \text{ kg/m}^3$  pour la glace à une température de  $0^{\circ}\text{C}$ . La transformation de l'eau en glace s'accompagne donc d'une expansion volumique de 9,1%. Cependant le diagramme des phases de l'eau (cf. Figure 1.12) présente, à pression atmosphérique, un état métastable compris entre 0 et  $-40^{\circ}\text{C}$ . Ces états métastables sont obtenus pour des solutions d'eau "pure" contenant peu d'éléments pouvant servir d'agent nucléateur. Cet état de surfusion se rencontre également pour les systèmes contenant des sels comme le décrivent les glaciologues lors de la formation de glace d'eau de mer.

### 1.2.2 DIAGRAMME DES PHASES DU SYSTEME NaCl-H<sub>2</sub>O

Le diagramme binaire du système NaCl-H<sub>2</sub>O est présenté dans la Figure 1.16. Les différentes phases identifiables en fonction du pourcentage de NaCl et de la température, sont :

- la phase liquide contenant de l'eau et du NaCl entièrement dissout (solution aqueuse de NaCl),
- la glace (dépourvue de NaCl),
- la saumure, qui est une phase liquide saturée en NaCl,
- l'halite qui est la forme cristallisée cubique du chlorure de sodium,
- l'hydrate de halite ou hydrohalite, NaCl.2H<sub>2</sub>O, cristal hydraté de chlorure de sodium.

L'hydrohalite est stable pour des températures inférieures à  $0,1^{\circ}\text{C}$  et constitue, dans cette gamme de température, l'unique forme solide de NaCl pouvant être en équilibre avec la phase aqueuse de NaCl.

Ce diagramme des phases présente les points caractéristiques suivants :

- E = eutectique ( $-21,2^{\circ}\text{C}$ ; 23,1% NaCl en masse),
- P = péritectique ( $0,1^{\circ}\text{C}$ ; 26,13% NaCl en masse).

Les courbes du liquidus sont issues des travaux expérimentaux de [Bodnar & Vityk, 1994] avec des mesures P-V-T. Le lecteur, au travers de [Doucet, 1942], pourra trouver une description détaillée de l'évolution de la connaissance en techniques cryoscopiques depuis le 18<sup>ème</sup> siècle. Une partie de ces travaux révèle les difficultés techniques rencontrées pour limiter la formation de bulles de gaz dissout lors de la formation de glace.

A pression atmosphérique, l'ajout de halite sur de la glace en conditions isothermes telles que  $-21,1^{\circ}\text{C} < \text{température ambiante} < 0^{\circ}\text{C}$  liquéfie le système s'il présente une proportion de NaCl inférieure à 23,3%. Ce phénomène correspond à l'emploi du NaCl pour la viabilité hivernale sur le réseau routier. Cependant, même si l'eutectique se situe à  $-21,1^{\circ}\text{C}$ , en dessous de  $-5^{\circ}\text{C}$  à au plus  $-10^{\circ}\text{C}$ , cette pratique devient inefficace. En effet, on note pour une solution à 3% en masse de NaCl (cf. Figure 1.18) que près de 70% de la glace est déjà formée à  $-5^{\circ}\text{C}$  et 90% est formée à  $-10^{\circ}\text{C}$ .

L'ajout de halite en condition adiabatique sur de la glace, à pression atmosphérique, dissout une part de glace et d'halite pour former une solution aqueuse de chlorure de sodium. Le système se refroidit le long de la courbe du liquidus.

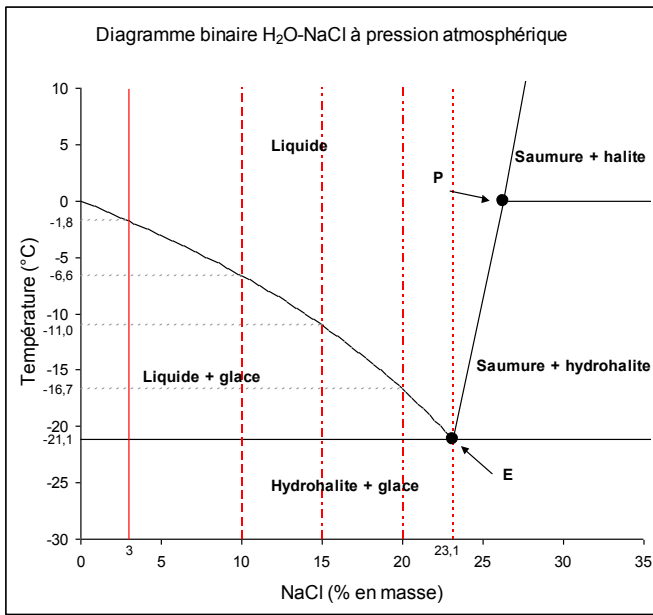


Figure 1.16 Diagramme binaire du système NaCl-H<sub>2</sub>O d'après [Bodnar et Vityk, 1994]

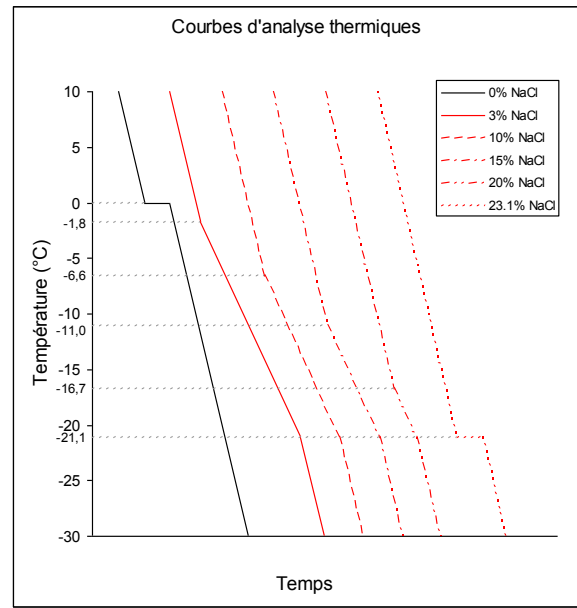


Figure 1.17 Gamme des températures de solidification des mélanges NaCl- H<sub>2</sub>O au cours d'un refroidissement adiabatique à -10°C/h

De la Figure 1.16, des courbes théoriques d'analyse thermique sont construites avec l'hypothèse d'un équilibre thermodynamique à tout instant. Comme indiqué dans la Figure 1.17, le changement de phase d'un système à 3% de NaCl en masse s'effectue progressivement par de la formation de glace entre -1,8°C et -21,1°C alors que la solution liquide restante passe d'une fraction massique de 3% à 23% de NaCl.

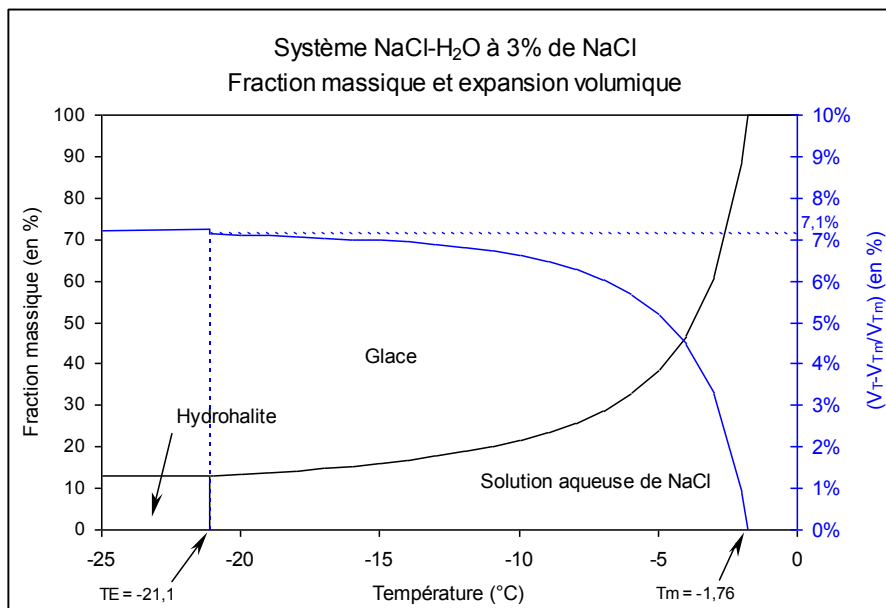


Figure 1.18 Système NaCl-H<sub>2</sub>O en fonction de la température : fraction massique d'après [Bodnar et Vityk, 1994] et densité de la phase liquide calculée d'après [Mironenko & al., 2001].

Au cours de cet abaissement de température, la proportion des phases du système NaCl-H<sub>2</sub>O contenant 3% en masse de NaCl est décrite dans la Figure 1.18. Lorsque la température s'abaisse et qu'il y a formation de glace, la phase liquide du système contient une proportion de chlorure de sodium identique à celle obtenue avec la courbe du liquidus pour une même température. Pour des températures négatives, la densité du système NaCl-H<sub>2</sub>O est évaluée pour chaque phase du système. [Mironenko & al., 2001] ont expérimentalement déterminé la densité des solutions de NaCl pour des températures supérieures à -20,15°C.

Le graphe de la Figure 1.18 indique que pour une solution à 3% de NaCl la formation de glace est progressive avec l'abaissement de la température et que l'expansion volumique du système avec une référence à T<sub>m</sub> (température de solidification des premiers cristaux de glace), atteint 7,1% lorsque la température est égale à T<sub>E</sub> (température eutectique).

Un calcul similaire pour différentes fractions molaires de NaCl dans la solution est présenté dans le tableau de la Figure 1.19. Entre une solution exempte de NaCl et une solution contenant 10% de NaCl en masse, l'expansion volumique totale du système entre T<sub>m</sub> et T<sub>E</sub> est divisée par plus de 2.

Expansion volumique du système NaCl-H <sub>2</sub> O (solidification de l'eau et transformation de la saumure en glace et hydrohalite)									
% NaCl en masse	0,0	1,5	3,0	4,5	7,0	10,0	15,0	20,0	23,1
T <sub>m</sub> (température initiale de changement de phase)	0,0	-0,9	-1,8	-2,7	-4,4	-6,6	-11,0	-16,7	-
(V <sub>T<sub>m</sub></sub> -V <sub>T<sub>E</sub></sub> )/V <sub>T<sub>E</sub></sub> (avant solidification de la saumure)	8,74%	7,97%	7,12%	6,35%	5,22%	3,98%	2,13%	0,83%	-
Fraction massique de saumure à T <sub>E</sub> avant solidification	-	6%	13%	19%	30%	43%	65%	87%	100%
Expansion volumique à T <sub>E</sub> (solidification de la saumure)	-	0,07%	0,13%	0,19%	0,29%	0,40%	0,57%	0,72%	0,81%
(V <sub>T<sub>m</sub></sub> -V <sub>T<sub>E</sub></sub> )/V <sub>T<sub>E</sub></sub> maximal après solidification de la saumure	8,74%	8,04%	7,25%	6,54%	5,50%	4,38%	2,69%	1,55%	0,81%

Figure 1.19 Expansion volumique du système NaCl-H<sub>2</sub>O en fonction de la proportion de NaCl

La transition de phase de la saumure à -21,1°C s'accompagne également d'une augmentation de volume du système bien que l'hydrohalite présente une densité moyenne élevée de 1,61. En effet, à -21,1°C la part liquide du système est composée d'une solution aqueuse contenant 23,1% de NaCl. Or l'hydrohalite est composée de 61% de NaCl pour 39% de H<sub>2</sub>O, la part d'eau rejetée pour former l'hydrohalite se transforme donc en glace et l'expansion de la saumure lors de la solidification est de 0,81%.

Pour des concentrations de NaCl comprises entre 0 et 10%, l'expansion volumique du changement de phase de la saumure en hydrohalite et glace à T<sub>E</sub>=-21,1°C n'est pas significative face aux changements volumiques totaux du système.

Nota : lorsque la proportion en masse de NaCl est supérieure à 23,1%, le système ne présente pas de formation de glace pour des températures supérieures à T<sub>E</sub>. La seule expansion volumique du système est inférieure à 0,81% et se produit donc lors de la solidification de la saumure qui produit de la glace et de l'hydrohalite à des températures inférieure ou égale à T<sub>E</sub>.

La fraction massique de la phase liquide avant solidification totale du système à T<sub>E</sub>, varie de 0 à 43% lorsque le système NaCl-H<sub>2</sub>O contient de 0% à 10% de NaCl. Afin d'évaluer l'homogénéité du système à une température donnée, cela pose la question de la répartition de la glace lors de sa formation mais également du niveau de percolation de la phase liquide dans la phase solide pour des températures comprises entre T<sub>m</sub> et T<sub>E</sub>.



### 1.2.3 FORMATION DE GLACE D'EAU DE MER

La salinité moyenne de l'eau de mer est de 3,5% et 98% de ces sels sont essentiellement composés par des chlorures et du sodium qui représentent respectivement 1,9% et 1,1% sur les 3,5% totaux.

A pression atmosphérique, on dispose de nombreuses études sur la description des étapes de formation de glace en mer. Ces informations sont directement disponibles sur les sites Internet des centres de recherche sur la glace des pays nordiques comme, par exemple, [The international Antarctic Weather Forecasting Handbook](#), le [National Snow and Ice Data Center de la NASA](#), ou [l'Institut Météorologique du Danemark](#).



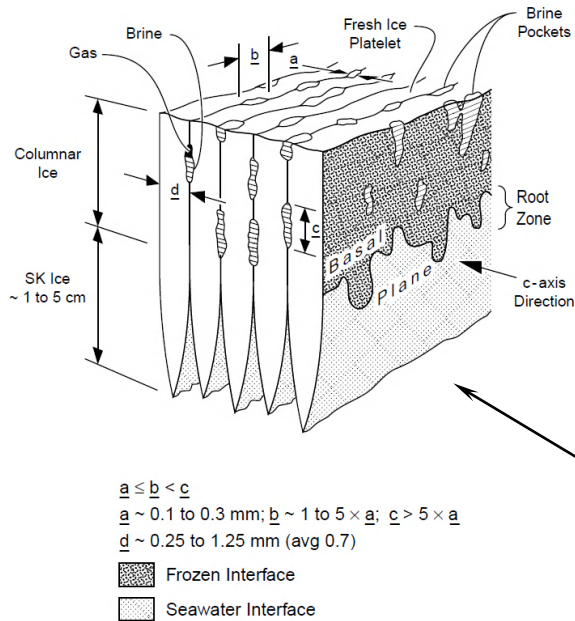
Figure 1.20 Glace primaire (frazil) en bordure d'un front de glace déjà formée [Worby, 1999]



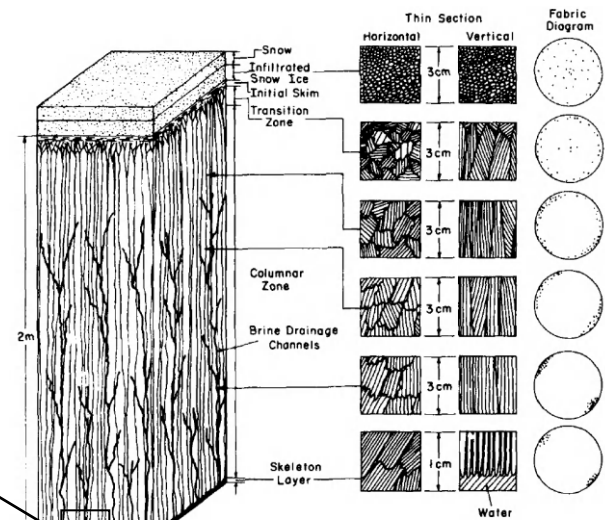
Figure 1.21 Glace primaire à la surface de la mer (nilas) source Institut Météorologique du Danemark

On peut décrire sommairement la formation de la glace de mer selon les mécanismes suivants.

1. Préalablement à la formation des premiers cristaux de glace, on constate un abaissement de la température et un abaissement de la salinité [Cox & Weeks, 1988].
2. L'eau en surfusion change de phase pour former une glace primaire de surface (durée de formation de 9 à 36 jours). Sur plan d'eau calme, la formation de glace débute à partir d'un germe de cristallisation, les cristaux se développent perpendiculairement au plan basal avec la forme d'un disque puis, s'agrandissant, deviennent dendritiques. Les turbulences de l'eau cassent les croissances dendritiques et les fragments de cristaux s'accumulent à la surface et composent le frazil (cf. Figure 1.20). Lorsque le frazil se consolide, on appelle nilas la couche continue d'environ 5 cm d'épaisseur (cf. Figure 1.21).
3. La glace secondaire est une glace colonnaire qui croît par gradient thermique (cf. Figure 1.22). Des plaquettes verticales croissent vers le bas et la nappe de glace peut atteindre de 70 cm à 2 m en une année. Les inclusions de saumures rondes ou tubulaires piégées dans la nappe migrent vers la phase liquide [Eide & Martin, 1975] en générant un réseau de drainage (cf. Figure 1.23). A l'écoulement de la saumure, succède un flot de solution liquide qui remonte par ces canaux.



**Figure 1.22** Détail de l'interface formation de glace – eau de mer [Kovacs, 1996]



**Figure 1.23** Représentation schématique de la formation de glace de mer de première année [Schwarz & Weeks, 1977]

Il faut cependant noter que :

- cette formation de glace est lente, avec une vitesse du front de gel lors de formation de glace colonnaire inférieure à 2 m/an soit environ  $0,1 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ,
- l'eau de mer liquide sous le front de gel est une condition limite qui varie faiblement (température et salinité) car l'eau de mer se renouvelle essentiellement par convection devant le front de glace et limite l'augmentation de la salinité liée à l'expulsion des sels devant le front de gel,
- les épaisseurs de glaces formées rendent nécessaire la prise en compte de l'augmentation de pression,
- la formation de glace primaire ou secondaire s'effectue avec un emprisonnement de 2,2 à 2,5% de sels, mais après un an, une glace (primaire et secondaire) ne contient plus que 0,5 à 0,8% de sels piégés, le reste ayant migré par le réseau de drainage.

Par ailleurs, les observations de carottes de glace d'eau de mer par [Weissenberger & al., 1992] présentent une répartition du réseau de saumure sous forme granulaire (profondeur 1,10 m), colonnaire (profondeur 0,90 m) ou intermédiaire (profondeur 0,70 m). La structure granulaire est typique de la solidification brutale d'une couche en surfusion. L'apparition d'une structure granulaire peut être liée aux variations de températures saisonnières.

#### 1.2.4 FRONT DE SOLIDIFICATION DES SUSPENSIONS COLLOÏDALES

La synthèse de matériaux poreux par des méthodes de *freeze-casting* est un domaine de recherche plus récent qui nous apporte des informations expérimentales sur la solidification des suspensions colloïdales. Une part des recherches consiste à établir et rationaliser l'existence des domaines d'instabilités et de méta-stabilités de la solidification de suspensions colloïdales. La dimension des échantillons est centimétrique, on ne se situe donc pas dans le même ordre de grandeur que la formation de glace d'eau de mer.

[Deville, 2009] a vérifié que la stabilité du front de solidification est dépendante de la vitesse de déplacement de l'interface et de la dimension des particules (cf. Figure 1.24 et Figure 1.25).

A faibles vitesses, le front de solidification est plan et la totalité des particules sont rejetées. Les instabilités augmentent avec la vitesse du front de solidification en raison de la surfusion localement créée par la diffusion brownienne des particules à proximité de l'interface.

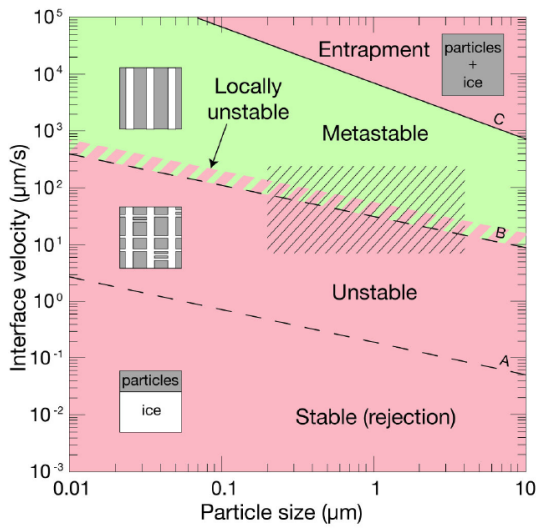


Figure 1.24 Stabilité générale du front de solidification d'après [Deville, 2009]

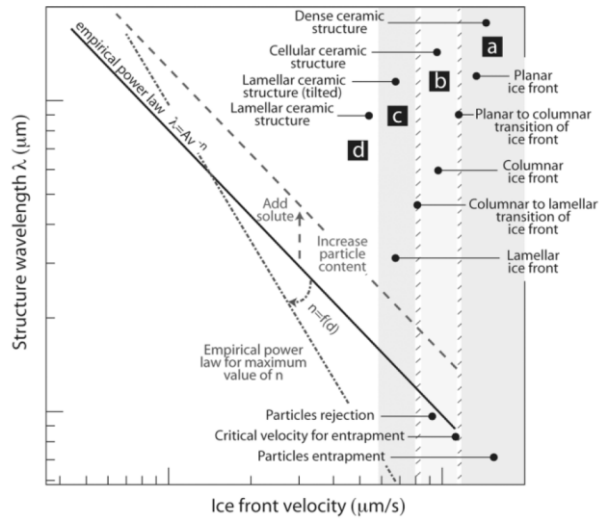


Figure 1.25 Type de croissance de glace d'après [Deville, 2008]

Lorsque le front de solidification est instable, [Munch, 2009] indique que la longueur d'onde de l'instabilité est un paramètre qui dépend du solvant, du soluté (diamètres des particules) et du taux de refroidissement (cf. Figure 1.27). Il indique également que si le solvant est de l'eau, la formation de glace présente un front plan lamellaire ou colonnaire mais que celui-ci est très rarement dendritique en solution.

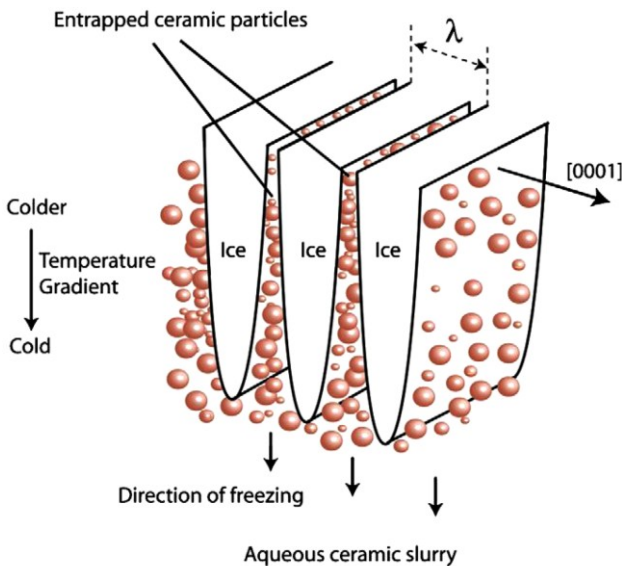


Figure 1.26 Principe du rejet des particules et modèle de la formation lamellaire de glace d'une longueur d'onde ( $\lambda$ ) d'après [Deville & al., 2007]

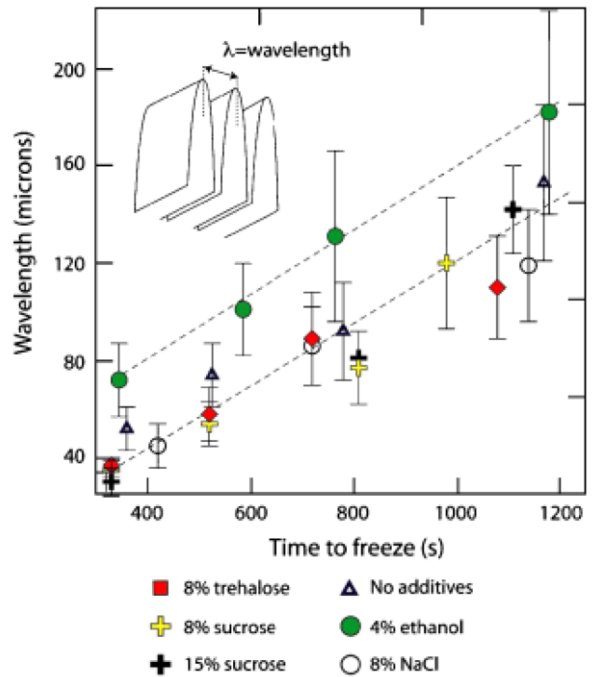


Figure 1.27 Longueur d'onde en fonction de la durée de solidification d'un corps d'épreuve de 2 cm (incertitude sur plus de 100 mesures) d'après [Munch & al., 2009]

Pour un taux de refroidissement très élevé (ou lors de surfusion), le front de progression de la phase solide est plan et emprisonne la totalité du soluté. En diminuant le taux de refroidissement, la formation de la glace passe d'un type colonnaire à un type lamellaire en rejetant une partie de plus en plus importante des particules à l'extérieur de la phase solide tel qu'illustré dans la Figure 1.26.

D'autres chercheurs comme le Professeur [Worster M.G.](#) présentent la solidification d'un système binaire en trois zones bien distinctes : phase solide, zone composée d'un mélange en cours de changement de phase, et phase liquide. Dans la zone de mélange, le drainage des solutés emprisonnés s'effectue suivant des courants convectifs au travers d'étroites cheminées d'échanges entre la phase solide et la phase liquide.

Dans [Wettlaufer & al., 1997], l'étude expérimentale d'une solution NaCl-H<sub>2</sub>O à 3,5% de NaCl en masse (cellule de 20x20x28 cm) montre d'une part qu'un système NaCl-H<sub>2</sub>O ne présente pas de différence significative avec une eau de mer, et d'autre part que le phénomène de drainage est dépendant de conditions limites :

- l'existence d'une hauteur critique, dépendant du nombre de Rayleigh et de la proportion de la phase solide (7 cm dans cette expérience) en dessous de laquelle il n'y a pas de drainage,
- un délai de mise en place qui atteint dans ce cas environ 3 heures.

L'ensemble de ces observations présente de nombreux points communs et en particulier sur les différents types de fronts de solidifications observés. Cependant, dans le cas de l'eau de mer, la dimension des principales particules est inférieure au micromètre et la vitesse du front de solidification est inférieure à 0,1  $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . D'après la Figure 1.24, la formation de glace à partir d'eau de mer se situe donc dans une zone stable avec un rejet de la totalité des particules à l'extérieur du front de solidification, ce qui ne correspond pas aux observations (2,2 à 2,5% de sels emprisonnés).

### 1.2.5 INTERFACE GLACE-BETON

A l'échelle macroscopique, le contact glace-béton est largement étudié en raison de la détérioration des structures en présence de glace flottante ou dérivante. La majorité des études se concentrent sur l'obtention de résultats expérimentaux et quelques modélisations de l'abrasion du béton par un mouvement relatif glace-béton. Une revue bibliographique sur ce thème a été rédigée par [Møen & al., 2007]. Elle n'apporte cependant pas d'information pertinente sur l'interface glace-béton lors de la formation de la glace et le comportement de l'ensemble une fois la glace formée.

Il existe peu de recherches sur les caractéristiques et le comportement de l'interface glace-béton, avec une glace formée à partir d'une solution au contact du béton. [Saeki, 2010] présente des résultats d'essais mécaniques sur l'adhérence de l'interface glace-béton, la glace étant formée par le gel d'eau ne contenant pas de sels. La résistance au cisaillement obtenue à partir de 4 types d'essais mécaniques à  $-5^{\circ}\text{C}$  est de 0,2 MPa pour un béton d'une rugosité de surface d'environ 20  $\mu\text{m}$ . Ces résultats sont dépendants de la température. En effet, l'adhérence augmente linéairement avec la diminution de la température.

Ainsi, le comportement de l'interface glace-béton, lors de la solidification de solutions de différentes concentrations de chlorure de sodium est un domaine qui reste à explorer.

### 1.3 DETERIORATION DES GEOMATERIAUX EXPOSES A DES CYCLES DE GEL-DEGEL

En fonction du niveau de résistance à l'exposition à des cycles de gel-dégel en présence ou non de sels, deux types de dégradations peuvent endommager le béton : la fissuration interne (cf. Figure 1.28) et l'écaillage (cf. Figure 1.29).

La fissuration interne d'un béton est une dégradation par micro-fissuration de la pâte cimentaire qui affaiblit la cohésion du matériau et en particulier la liaison pâte-granulat.

Cette dégradation évolue dans la masse du matériau au cours de l'application des cycles de gel-dégel. La perte de cohésion engendre une diminution des caractéristiques mécaniques du matériau et en particulier du module d'élasticité et de la résistance à la compression. La fissuration et l'augmentation de la perméabilité réduisent également la résistance du matériau à la pénétration des agents agressifs.

D'un point de vue chimique, on ne constate une évolution du matériau qu'à un stade de dégradation très avancé avec une dissolution partielle de la portlandite qui recristallise dans les vides d'air et donc une augmentation de la porosité capillaire [Pigeon & Regourd, 1986].



Figure 1.28 Muret en béton dégradé par gel interne



Figure 1.29 Béton de corniche peu résistant à l'écaillage

L'écaillage est un mode de dégradation de surface. Le béton soumis à des cycles de gel-dégel en présence d'eau, contenant ou non des sels, sur la surface exposée peut subir la perte de matériau. Cette détérioration est aggravée si la solution contient un agent agressif comme du NaCl mais cela peut également être un agent non cristallisant comme de l'alcool.

L'écaillage s'observe généralement en présence d'un agent agressif et ce dernier peut pénétrer dans le béton. De plus, *in situ*, le béton est soumis à des périodes de séchage/humidification. Un béton soumis à des conditions d'exposition correspondant à l'écaillage subit une combinaison d'attaques. Ainsi, lors d'une exposition *in situ*, il est difficile d'imputer la part de dégradation relative à l'écaillage par le gel et celle provoquée par les autres attaques du béton telles que la cristallisation, la lixiviation, la carbonatation, etc.

Ce qui suit décrit la phénoménologie du gel interne et de l'écaillage utile pour l'analyse des

résultats expérimentaux obtenus au cours de cette étude. Le lecteur pourra se reporter à d'autres descriptions générales qui présentent d'autres approches, parfois des lectures différentes de la littérature scientifique disponible et certains points peu abordés dans cette étude comme l'emploi d'ajout ou de substitut cimentaire. On retiendra, entre autres, [Pigeon, 1989], [Marchand & al., 1994], [Schulson, 1998], [Korhonen, 2002], [Valenza & Scherer, 2007-1], [Durabilité des bétons, 2008] et [le cours en ligne de R. Gagné à l'université de Sherbrooke](#).

### 1.3.1 GEL INTERNE

De manière générale, la résistance mécanique d'un béton est un paramètre de premier ordre permettant d'assurer la résistance aux cycles de gel-dégel d'un béton. Cependant, on constate qu'en l'absence d'eau libre dans la pâte cimentaire (voir le paragraphe 1.1.3), la détérioration du matériau soumis à des cycles de gel-dégel est peu probable (cf. Figure 1.35). Par ailleurs, le rôle protecteur d'un réseau de bulles d'air dans le béton est reconnu par la communauté scientifique. Ce paragraphe présente les résultats de nombreuses études expérimentales qui ont permis de mieux connaître les conditions limites de l'influence de ces deux paramètres sur la résistance au gel.

#### 1.3.1.1 Quantité d'eau gelable et degré de saturation critique d'un béton

Lorsqu'un béton présente une sensibilité au gel, sa dégradation interne est directement liée à la quantité d'eau libre ou gelable contenue dans le matériau. La quantité d'eau libre est fonction du degré d'hydratation du béton et de son degré de saturation. Ce n'est qu'au-delà d'un seuil critique de saturation en eau que l'on constate une dégradation du matériau au travers de la chute du module d'élasticité et d'un gonflement permanent du matériau. Une méthode d'essai permettant de déterminer ce seuil  $S_{CR}$  est décrit dans [Fagerlund, 1977]. La présence d'eau libre, dans la pâte de ciment, est donc un paramètre de premier ordre sur la résistance au gel interne des bétons (cf. Figure 1.30). Il ressort également de la Figure 1.31 que la quantité d'eau libre augmente dans un béton soumis à des cycles de séchage/humidification. Ce phénomène est à prendre en compte lors de la préparation des corps d'épreuve devant subir un essai d'écaillage (voir 1.3.3.3 et Figure 1.47).

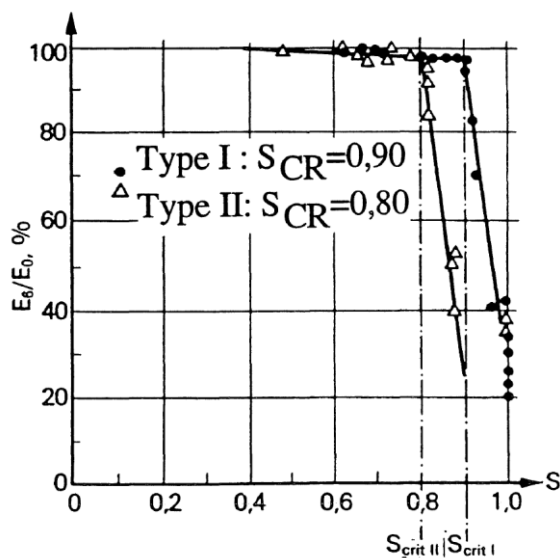


Figure 1.30 Relation entre le degré de saturation de deux bétons et le module d'élasticité d'Young après 6 cycles de gel-dégel [Fagerlund, 1995]

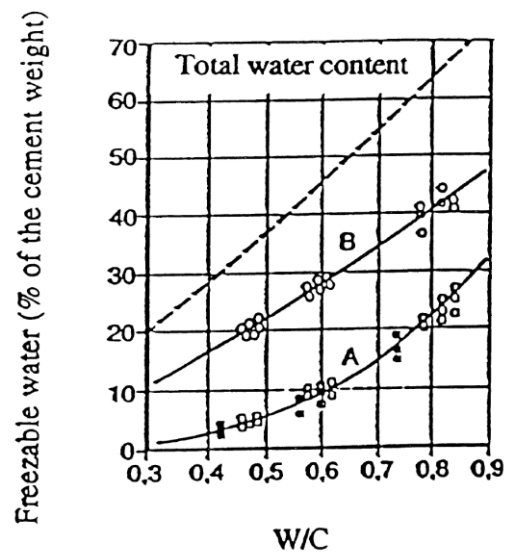
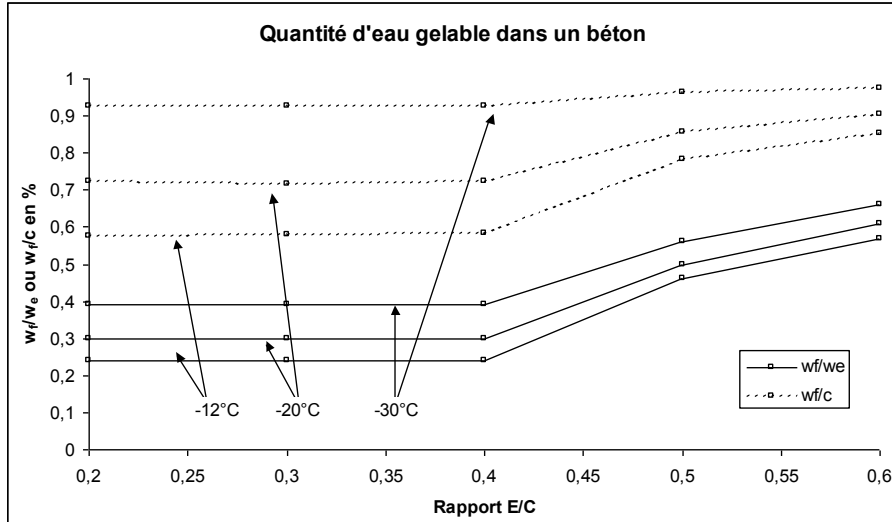


Figure 1.31 Eau gelable à  $-15^{\circ}\text{C}$  dans un béton. (A) spécimen non séché, (B) spécimen séché et re-saturé [Vuorinen, 1973]

Au cours de leurs travaux, Powers et Brownyard ont estimé la quantité maximale d'eau gelable dans un béton. Ces résultats ont été complétés par [Fagerlund, 1993] en intégrant le degré d'hydratation du béton (cf. Figure 1.32).



$w_f$ : quantité d'eau gelable,  
 $w_e$ : quantité d'eau dans les capillaires saturés (eau évaporable),  
 $c$ : quantité de ciment

Figure 1.32 Quantité d'eau gelable dans un béton, adapté de [Fagerlund, 1993]

La quantité maximale d'eau gelable est évaluée par calorimétrie à basse température qui permet de mesurer la quantité de chaleur lors de la transition de phase liquide-solide. [Marchand, 1993] détermine à partir de la Figure 1.33 que pour un E/C de 0,25 une très faible quantité de l'eau (de l'ordre de 10%) est gelable à  $-20^{\circ}\text{C}$ .

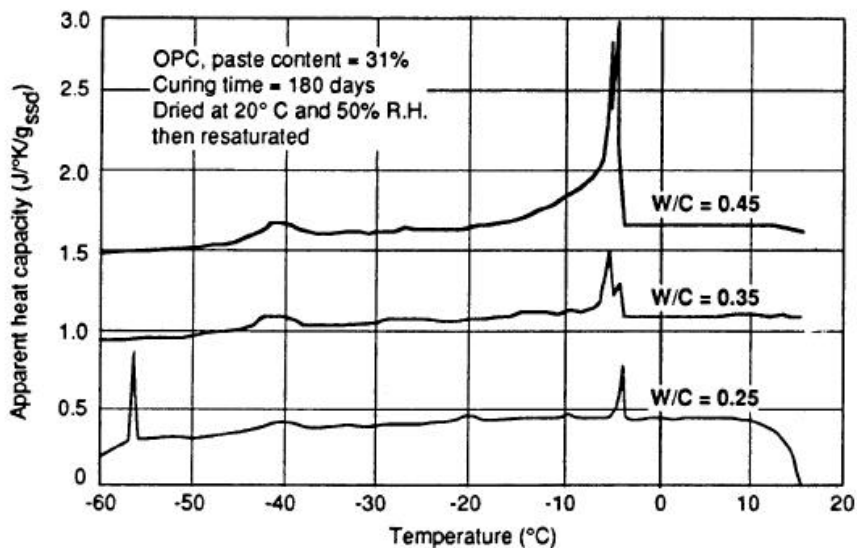


Figure 1.33 Quantité d'eau gelable dans un béton mesurée par calorimétrie à basse température [Marchand, 1993]

Pour un béton saturé en eau ne contenant pas d'air entraîné, on constate une dilatation lors de la diminution de la température (cf. Figure 1.34). Powers formule donc l'hypothèse que lors de la transition de phase, l'expansion de l'eau en glace induit avec la phase liquide restante des pressions hydrauliques sur la matrice cimentaire. Ce mécanisme est à l'origine de l'élaboration de la première théorie, dite des pressions hydrauliques, sur le gel des bétons.

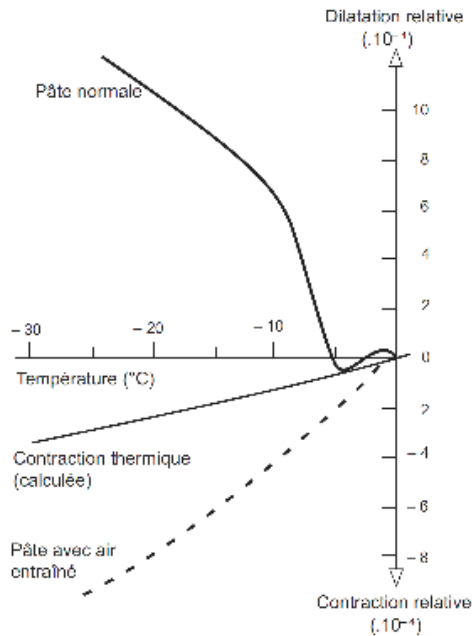


Figure 1.34 Comportement dimensionnel des pâtes de ciment au cours du gel, d'après [Powers & Helmuth, 1953] repris par [Durabilité des bétons, 2008]

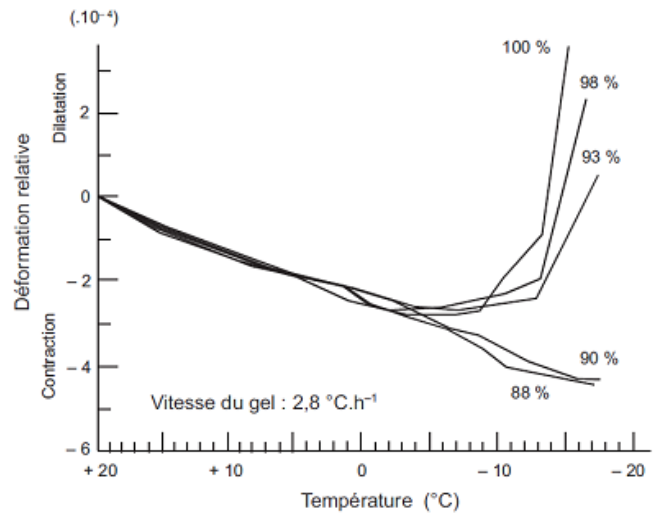


Figure 1.35 Déformation d'un mortier (E/C=0.6) au cours du gel en fonction de son degré de saturation [Ramachandran & al., 1981] repris par [Durabilité des bétons, 2008]

Comme indiqué dans la Figure 1.34 et la Figure 1.35, le gonflement des corps d'épreuve se fait progressivement avec le refroidissement, et non pas brutalement à une température définie. Ceci peut s'expliquer par l'abaissement du point de congélation de l'eau confinée dans un pore de rayon r et dont une expression est donnée par [Defay & al., 1966] :

$$\ln\left(\frac{T}{T_0}\right) = -\frac{2 \cdot \sigma_{ls}}{r} \cdot \frac{v_l}{\Delta h_f}$$

où

- T = température (<273,15 K) imposée au matériau (K)
- T<sub>0</sub> = température de gel de l'eau hors milieu poreux (273,15 K)
- r = rayon poreux (supposé cylindrique en m)
- σ<sub>ls</sub> = tension de surface à l'interface liquide solide (0,031 N/m)
- v<sub>l</sub> = volume spécifique de l'eau (0,001 m<sup>3</sup>/kg)
- Δh<sub>f</sub> = chaleur latente de fusion de l'eau (333600 + 2220 x T (°C) en J/kg)

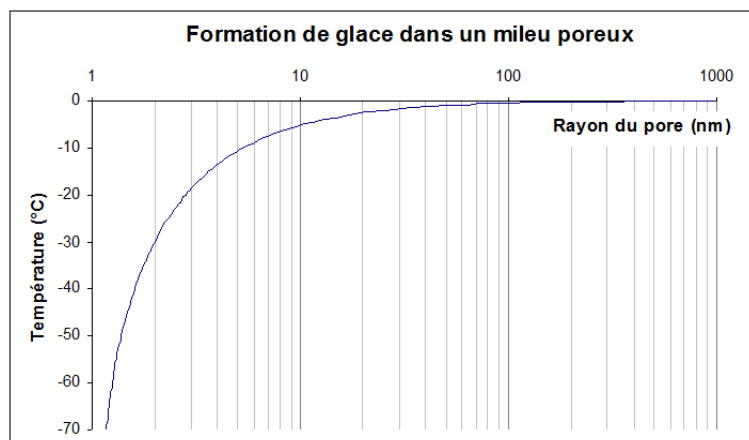


Figure 1.36 Formation de glace dans un milieu poreux d'après [Defay & al., 1966]



Cette relation traduit l'équilibre mécanique et thermodynamique entre l'eau et la glace, séparées par un ménisque capillaire. Elle a été établie de manière plus complète, récemment dans [Coussy, 2010].

Le graphe de la Figure 1.36, bien que théorique indique que l'eau contenue dans les pores de gel change de phase pour des températures très basses que l'on ne rencontre pas en pratique *in situ*. De plus, cela correspond aux  $-78^{\circ}\text{C}$  mesurés expérimentalement par [Powers & Brownard, 1948]. Les gros pores capillaires vont donc geler en premier et le front de gel va se propager dans les pores de plus en plus petits avec le refroidissement.

### 1.3.1.2 Protection de la pâte cimentaire par un réseau de bulles d'air

Powers a également constaté qu'une pâte cimentaire saturée en eau soumise à des cycles de gel-dégel lents (équilibre thermodynamique constant) pouvait subir une dilatation ou une contraction en fonction de la quantité d'air entraîné qu'elle contient. Il a donc considéré que ce réseau de bulles d'air, qui n'est généralement pas saturé en eau [Litvan, 1973], servait de réservoir d'expansion pour la phase liquide restante sous pression.

Ce phénomène d'expulsion d'eau avec cristallisation dans les vides d'air a été expérimentalement observé par [Piltner & Monteiro, 2000] à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental, ce qui prouve le rôle de vase d'expansion du réseau de bulles d'air contenu dans un béton saturé soumis à des cycles de gel-dégel.

La nécessaire présence d'un vase d'expansion permet également d'expliquer le phénomène de saturation critique. En effet, lorsqu'un béton n'est pas totalement saturé, les capillaires ne contenant pas d'eau constituent un volume tampon pour l'expansion de l'eau sous pression.

Le réseau de bulles d'air, source de résistance au gel interne du béton, est alors caractérisé par le facteur d'espacement, aussi appelé  $L_{\text{barre}}$ . Ce paramètre, défini par Powers, est la demi-distance moyenne entre deux bulles d'air au sein de la pâte cimentaire. De nombreuses campagnes expérimentales sur les bétons traditionnels ont permis de caractériser la sensibilité au gel des bétons en fonction du réseau de bulles d'air créé dans la pâte cimentaire par l'ajout d'adjuvant entraîneur d'air.

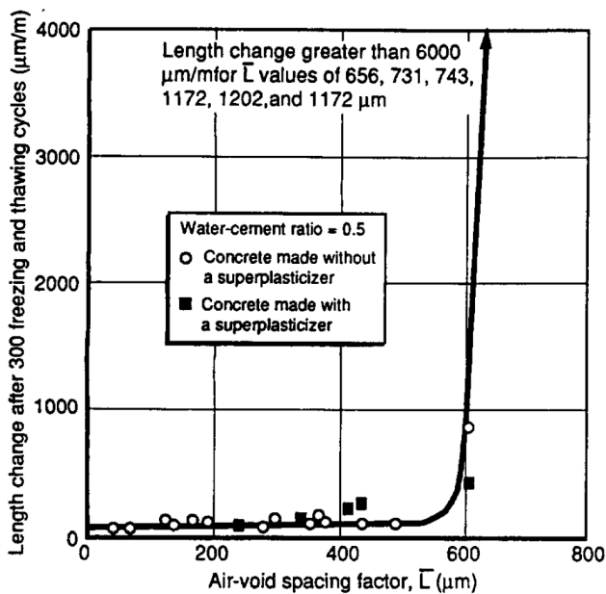


Figure 1.37 Influence de l'ajout d'un superplastifiant sur le facteur d'espacement critique [Pigeon & al., 1996]

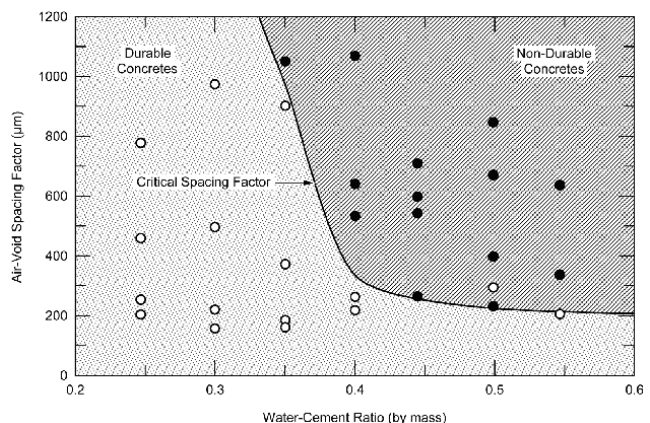


Figure 1.38 Durabilité des bétons en fonction du rapport E/C et du facteur d'espacement après 300 cycles de gel-dégel, d'après les travaux de [Okada & al. 1981] présenté par [Korhonen, 2002]

Les bétons traditionnels présentent un facteur d'espacement au-delà duquel leur sensibilité au gel croît fortement. Cette valeur, appelée facteur d'espacement critique  $L_{crit}$ , est propre à chaque béton et sous ce seuil le béton est résistant au gel. Une courbe typique de détermination du  $L_{crit}$  est présentée dans la Figure 1.37. Un bilan de différentes évaluations du  $L_{crit}$  effectuées à l'Université de Laval a été réalisé par [Pleau, 1986]. Il indique que cette valeur critique peut se définir avec différents types d'essais de gel-dégel (cycles de température et conditions de saturation en eau). Les valeurs obtenues pour le  $L_{crit}$  sont généralement comprises entre 400 et 700  $\mu\text{m}$  et donc sont supérieures à la valeur de 250  $\mu\text{m}$  suggérée par Powers en 1954. Par ailleurs, l'existence et la valeur du  $L_{crit}$  se sont montrées stables lors de l'ajout d'additions cimentaires comme les fumées de silice ou les superplastifiants tel que l'indique la Figure 1.38.

### 1.3.1.3 Origine des spécifications des bétons résistants au gel interne

En plus de la résistance mécanique de la matrice cimentaire, deux caractéristiques intrinsèques du béton gouvernent la résistance au gel des bétons traditionnels : la quantité d'eau gelable et le réseau de bulles d'air contenues dans la pâte cimentaire.

Le rapport E/C est un paramètre de premier ordre influant sur la résistance de la matrice cimentaire et la quantité d'eau gelable contenue dans les pores capillaires. La Figure 1.9 et la Figure 1.38 permettent d'identifier différents comportements en fonction du rapport E/C :

- $E/C < 0,30$   
aucune précaution particulière n'est nécessaire, le béton est résistant aux cycles de gel-dégel. En effet, la matrice cimentaire présente une résistance mécanique élevée associée à une très faible quantité d'eau gelable dans les capillaires (pas d'eau résiduelle après hydratation, faible perméabilité).
- $0,30 < E/C < 0,42$   
la résistance mécanique du matériau, bien qu'importante, s'affaiblit. Dans cette zone, la connectivité du réseau poreux augmente fortement. Il y a peu d'eau résiduelle post hydratation mais une élévation possible du degré de saturation par transfert hydrique depuis le milieu extérieur avec l'augmentation de la perméabilité. La résistance au gel doit être assurée par le rôle protecteur du réseau de bulles d'air.
- $0,42 < E/C < 0,60$   
la résistance mécanique du matériau est plus faible, la proportion d'eau gelable augmente fortement (augmentation de la quantité d'eau résiduelle issue de l'hydratation et de la perméabilité de la matrice cimentaire). Il est plus délicat d'assurer la résistance au gel d'un béton même à l'aide d'un réseau de bulles d'air.
- $E/C > 0,60$   
La matrice cimentaire contient une forte quantité d'eau gelable et l'addition d'un réseau poreux augmente la perméabilité. Il est très difficile d'assurer une bonne résistance au gel.

Ces éléments sont en grande partie pris en compte pour spécifier les bétons résistants aux cycles de gel-dégel. La norme NF EN 206-1 adopte cette démarche avec des rapports E/C sensiblement identiques. Le rapport E/C est limité à 0,50 et pour  $0,32 < E/C < 0,50$  un usage minimal de 4% d'air occlus dans le béton frais (voir section 1.4.2) est requis pour les bétons exposés au gel-dégel. Mais cette spécification n'est pas suffisante car la quantité d'air occlus doit être adaptée à la granulométrie du béton et reliée à un facteur d'espacement (voir section 1.5.2).

Enfin, il faut noter la limite de ces critères établis empiriquement sur des bétons formulés à partir de ciment Portland artificiel. D'une part, les ajouts et les substituts au clinker font toujours l'objet d'études spécifiques et restent très encadrés lors de leur utilisation pour un béton devant être exposé à des cycles de gel-dégel. D'autre part, l'effet aggravant de l'apport de sels fondants n'est pas pris en compte, ce qui est important pour l'écaillage.

### 1.3.2 L'ÉCAILLAGE

L'écaillage est défini comme une détérioration de surface généralement associée à la présence de sel. Entre 1920 et 1930, les fondants routiers ont été employés pour assurer la viabilité hivernale des autoroutes nord-américaines. Dès le milieu de l'année 1930, de nombreuses chaussées présentaient une forte dégradation par écaillage du béton. Cette détérioration fut rapidement reliée à la quantité et à la fréquence d'épandage des fondants [Whiting & Stark, 1983]. Dès cette époque, les fondants routiers, et implicitement les cycles de gel-dégel qui rendent nécessaire l'épandage des sels, ont été associés à la détérioration du béton par écaillage. Pour autant, d'autres conditions d'expositions, comme des cycles d'humidification et de séchage, en particulier en présence de sel peuvent conduire à de l'écaillage de surface. Dans la présente étude, l'écaillage est limité aux conditions d'expositions de gel-dégel en présence d'une solution contenant du NaCl.

La complexité de l'analyse de l'écaillage *in situ* ou en laboratoire provient essentiellement de la nécessaire prise en compte de deux facteurs : propriétés de la surface de béton exposée et propriétés de la solution présente à la surface exposée.

D'une part, la surface testée est un béton coffré, un béton à surface libre (sans coffrage) et soumis à la cure, ou un béton scié. Les deux premières situations sont celles que l'on rencontre *in situ*. En laboratoire, la surface coffrée est utilisée pour être représentative des conditions *in situ*, et la surface sciée pour tester les propriétés à cœur du matériau. Il existe un gradient de propriétés mécaniques et de transfert entre la surface, qu'elle soit coffrée ou non, et le cœur d'un béton. Par ailleurs, le sciage d'un béton perturbe également les propriétés de la surface (arrachements, lessivage, élévation de température) par rapport aux propriétés initiales du béton à cœur et en crée de nouvelles comme par exemple la rugosité de surface.

D'autre part, la concomitance de la présence d'une lame d'eau contenant des sels et de cycles de gel-dégel est une condition d'exposition difficilement vérifiable *in situ*. Les essais en laboratoire ne sont pas harmonisés sur la méthode d'exposition d'un béton (en présence de sels ou non, immersion ou lame de solution d'épaisseur variable) et leurs résultats ne sont pas aisément comparables.

La démarche empirique de caractérisation du phénomène d'écaillage est calquée sur celle menée pour l'étude du gel interne. En effet, la présence d'une solution contenant des sels est considérée comme un facteur aggravant, ce qui sous-entend que les mécanismes sous-jacents sont identiques. À l'exception de [Verberck & Klieger, 1957] qui ont mis en évidence l'effet pessimum, la majorité des études expérimentales cherche à qualifier le rôle protecteur du réseau de bulles d'air ou l'influence du degré de saturation.

Cette réduction des paramètres d'influence et la difficulté d'analyse des résultats d'essais en laboratoire n'ont pas permis de dégager expérimentalement des paramètres de premier ordre permettant d'améliorer la résistance d'un béton à la détérioration par écaillage.

#### 1.3.2.1 Caractérisation de l'écaillage

Les essais qui permettent de caractériser la résistance à l'écaillage sont nombreux avec des variations sur les combinaisons de cycles de température (durée, température minimale, palier,

nombre de cycles appliqués, etc.) et l'emploi d'eau ou une solution contenant 3% de NaCl. On peut les classer en deux grandes catégories au regard de l'exposition à la phase liquide : immersion totale ou partielle, ou lame de solution au-dessus de la surface du corps d'épreuve.

De manière générale, il est difficile de caractériser les propriétés de la surface d'un béton. Il est délicat de définir un volume élémentaire représentatif de dimensions suffisantes pour évaluer les propriétés mécaniques et de transfert. Lors des premiers travaux expérimentaux, l'intensité de la détérioration était définie visuellement avec une notation de 0 pour une absence de dégradation à 5 pour une très forte dégradation. Cela comportait l'avantage de pouvoir faire des comparaisons : essais en laboratoire et essais *in situ*. Cependant, une expertise est nécessaire pour réaliser cette qualification visuelle qui comporte une part subjective liée à l'opérateur.

Lors de la réalisation d'essais en laboratoire, l'intensité de la dégradation est désormais évaluée par la quantité de matériau qui se détache de la surface (masse sèche en  $g/m^2$ ) ou par perte relative de masse (en %). Cette méthode d'évaluation est simple et objective mais elle qualifie l'étape ultime de détérioration du matériau (dé-cohésion totale d'un fragment de matériau). Elle ne permet pas de qualifier la genèse des gélifracsts qui peuvent présenter différentes formes dans les géomatériaux (voir section 1.3.4).

#### *1.3.2.2 Sels contenus dans la solution extérieure et effet pessimum*

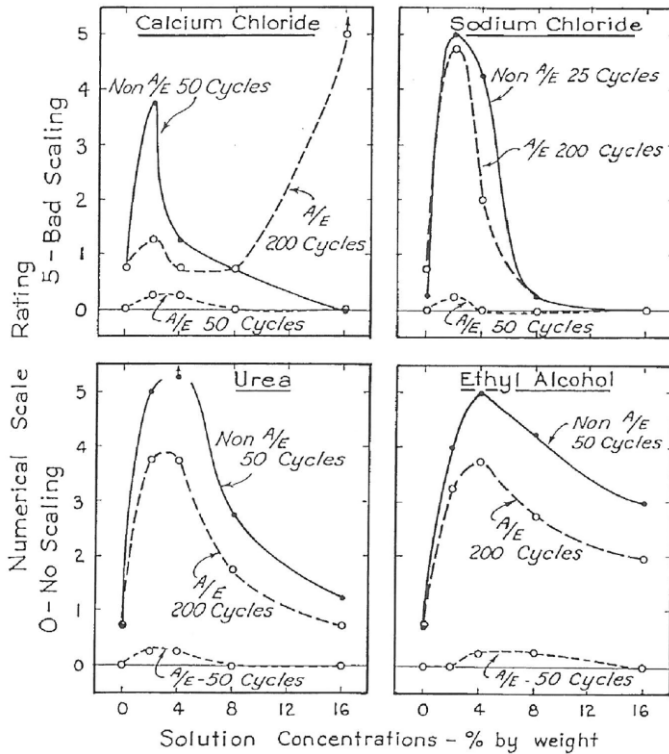
L'écaillage sans sel est un phénomène que l'on peut mesurer lors d'un essai performantiel de gel dans l'eau. La Figure 1.39 et la Figure 1.40 présentent également des valeurs d'écaillage sans sel non nulles. Si cette détérioration existe, sa qualification par la perte de masse est généralement faible et n'apparaît pas comme significative face aux dégâts engendrés en présence de sels.

L'influence chimique des sels dissous sur la détérioration de la matrice cimentaire n'est jamais apparue comme un phénomène majeur. En revanche, cette présence de sels fondants modifie la formation de glace dans la solution de surface et en milieu confiné. Cela induit également un abaissement de la pression de vapeur saturante de l'eau, et donc un degré d'humidité plus important dans le réseau poreux des bétons et une augmentation du degré de saturation, ce qui accroît la sensibilité au gel interne.

Sur un plan expérimental, l'ajout de sels dans la solution de surface est généralement considéré comme un facteur déclenchant une forte aggravation de la détérioration, mais il n'y a pas de proportionnalité entre l'écaillage et le dosage en sel de la solution. Avec l'emploi de différents fondants, [Verberck & Klieger, 1957] ont montré qu'il existe une concentration pour laquelle les dégradations d'un béton sont maximales. Cet effet, appelé effet pessimum, est observé pour des dosages en masse autour de 3% et ceci, pour l'ensemble des espèces chimiques considérées. Ce phénomène a été confirmé lors d'autres études expérimentales [Marchand, 1993], [Sellevold & Farstad, 1991], [Lindmark, 1998].

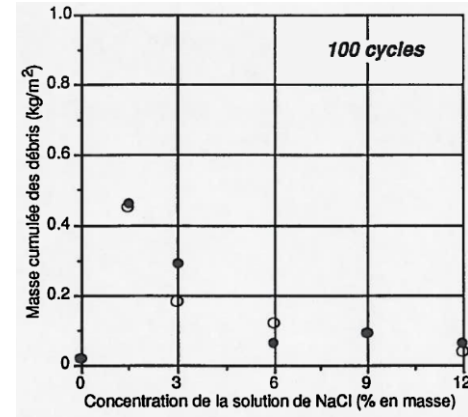
La mise en évidence de ce phénomène introduit, lors de l'analyse des études expérimentales, la nécessaire prise en compte de la combinaison des propriétés du matériau et des propriétés de la solution de surface.

La seule explication à l'influence des sels contenus dans la solution extérieure, et notamment l'effet pessimum, est le mécanisme du glue spalling élaboré par [Valenza & Scherer, 2007-2].



**Figure 1.39** Mise en évidence de l'effet pessimum dans un béton avec ou sans agent entraîneur d'air (A/E) [Verberck & Klieger, 1957]

Points noirs, re-saturation durant 180 jours des corps d'épreuve à l'eau.  
Points blancs, re-saturation durant 180 jours par immersion dans une solution de NaCl identique à la solution de surface lors de l'exposition aux cycles de gel-dégel



**Figure 1.40** Combinaison de l'influence en % de NaCl dans la solution de surface et en % de NaCl dans la solution de re-saturation du béton [Marchand, 1993]

### 1.3.2.3 Sels contenus dans le béton et teneur en eau,

Lorsqu'un béton est exposé à une solution saline, les ions diffusent dans le matériau et on observe un profil de concentration de chlorures décroissant depuis la surface exposée du béton. Ce profil de concentration est un support à l'élaboration de nombreux mécanismes de détérioration par le gel en présence de sels.

La présence de sels dans la solution interstitielle de la pâte cimentaire préalable à l'exposition des cycles de gel a été peu étudiée et présente des résultats difficilement exploitables car ils sont dépendants du matériau testé. La Figure 1.40 issu de [Marchand, 1993] présente des résultats d'écaillage conformes à l'effet pessimum mais insensibles à la concentration de NaCl contenue dans le béton préalablement à l'exposition aux cycles de gel-dégel. [Lindmark, 1998] réalise une étude paramétrique sur un béton en combinant :

- différents types de cycles de température avec un taux de refroidissement de  $-2^{\circ}\text{C}/\text{h}$  ou  $-5,5^{\circ}\text{C}/\text{h}$ , et une température minimale de  $-7$ ,  $-14$  et  $-22^{\circ}\text{C}$ ,
- une imbibition des corps d'épreuve dans des solutions de 0, 3 et 6% de NaCl avant exposition aux cycles de gel-dégel,
- une solution de surface contenant 0, 3 et 6% de NaCl en masse lors de l'exposition aux cycles de gel-dégel.

Les résultats de cette étude, portés dans la Figure 1.41, indiquent que les paramètres majeurs sont la concentration en NaCl dans la solution extérieure, avec un effet pessimum généralement vérifié, et le cycle de température (voir paragraphe 1.3.3.4). Une plus forte concentration en NaCl contenue dans le béton au démarrage de l'essai ne semble pas modifier le résultat ou l'augmente légèrement sans changer son ordre de grandeur. Par contre, lors de la réalisation d'essais avec deux

types de béton, [Sellevold & Farstad, 1991] permet de mettre en évidence une plus forte détérioration lorsque les corps d'épreuve sont re-saturés avec une eau déminéralisée (sans NaCl) en comparaison à l'endommagement obtenu avec une re-saturation des corps d'épreuve avec une solution contenant 3-6-9 et 12% de NaCl.

La présence de sels dans la pâte cimentaire lors de l'exposition à ces cycles de gel-dégel n'apporte, a priori, pas de modification sur l'intensité de la détérioration par essais d'écaillage (ce qui va à l'encontre de la majorité des mécanismes expliquant l'écaillage, à l'exception du glue spalling).

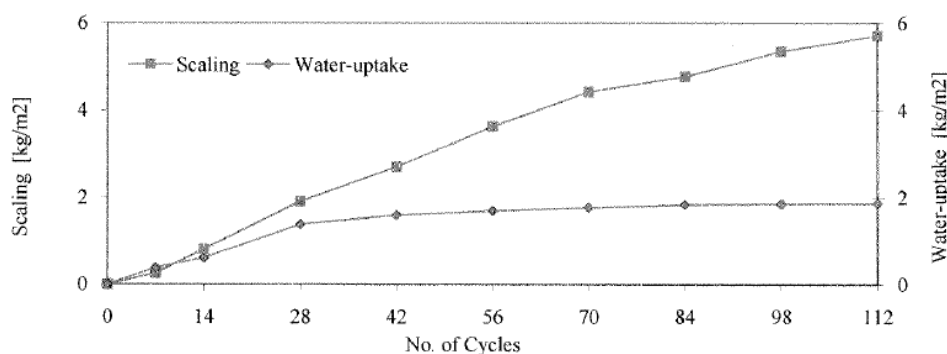
Outer salt concentration [%]	Desired inner salt concentration [%]	A -5.5°C/h -7°C	C -5.5°C/h -14°C	D -2°C/h -14°C	E -5.5°C/h -22°C	F -2°C/h -22°C
0	0	0.13	0.04	0.10	0.26	0.14
0	3	0.13	0.13	0.16	0.36	0.18
0	6	0.15*	0.40	0.30	0.45	0.41
3	0	0.20	0.38	0.45	1.79	0.58
3	3	0.17	0.64	0.57	1.66	0.48
3	6	0.17	0.84	0.73	1.53	0.57
6	0	0.22	0.29	0.49	0.33*	0.42
6	3	0.23	0.23	0.26	0.34	0.27
6	6	0.22	0.29	0.38	0.45	0.42

Approximate duration of pre-storage in salt solutions ( $\approx$ age of specimens), months: A 7½, C 6, D 11½, E 7½, F 7½.

\* essai réalisé avec 3 au lieu de 4 corps d'épreuve

**Figure 1.41 Résultats de l'essai d'écaillage selon le slab-test d'un même béton en fonction de la concentration en NaCl (intérieure au béton et dans la solution de surface) et du cycle de gel-dégel (colonnes A à F : taux de refroidissement de -2 ou -5,5°C/h et la température minimale de -7 ; -14 ou -22°C), d'après [Lindmark, 1998].**

La combinaison de la présence de sels dans le béton et de l'exposition à des cycles de gel-dégel provoque l'augmentation du degré de saturation au cours des cycles comme indiqué dans la Figure 1.42. Généralement appelé « water uptake », ce phénomène est mentionné dans de nombreuses recherches [Fagerlund, 1994], [Rønning, 1999], [Lindmark, 1998], [Bager, 2010], et [Borganakke & al., 2012]. D'après les auteurs, ce « pompage » est lié à l'hystérésis gel-dégel des pores capillaires et il est généralement relié à la cryosuccion. Pour autant, les mesures d'augmentation de masse par prise d'eau rapportées à la surface exposée ne sont pas directement corrélées à la détérioration par écaillage comme l'indique la Figure 1.42.



**Figure 1.42 Absorption d'eau du corps d'épreuve et écaillage (scaling) en fonction du nombre de cycles appliqués au cours d'un essai d'écaillage selon le slab-test, d'après [Bager, 2010]**

### 1.3.2.4 Réseau de bulles d'air

En concordance avec la Figure 1.39, les études expérimentales indiquent une amélioration de la résistance à l'écaillage lorsque le béton contient un réseau d'air entraîné. Des essais faisant varier la quantité d'air occlus de 2 à 6% sur une même formule confirment cette amélioration pour un essai sur surface coffrée (cf. Figure 1.43). Les deux autres conditions d'exposition ne présentent pas d'évolution significative avec une augmentation de la quantité d'air entraînée.

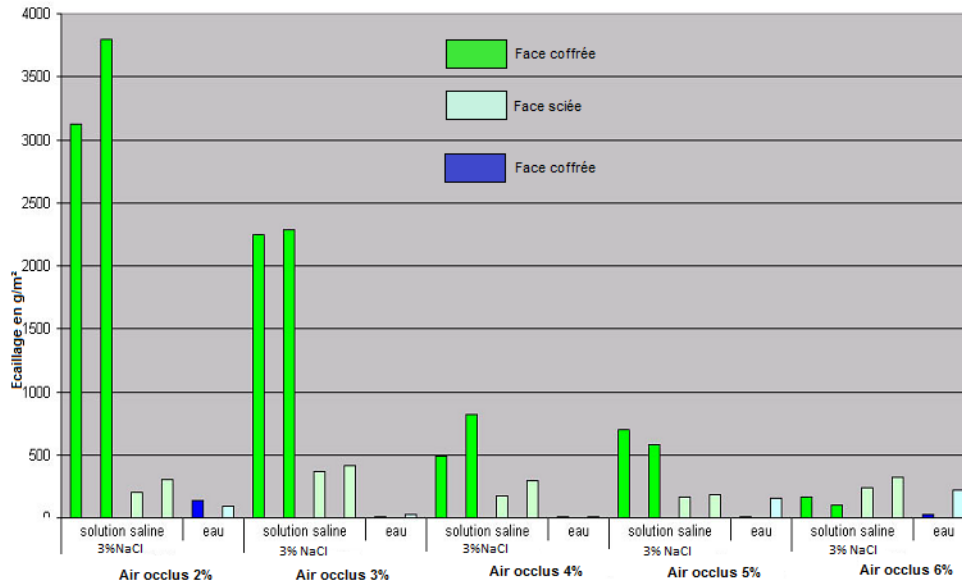


Figure 1.43 Médianes et moyennes de l'écaillage de 4 éprouvettes d'une même formule de béton en faisant varier la teneur en air, d'après [Prost et Orcel, 2003]

La présence d'un réseau de bulles d'air est une condition suffisante pour assurer la résistance au gel interne d'un béton traditionnel. Mais il n'existe pas un fonctionnement identique de protection à seuil pour l'écaillage, avec la possibilité de définir un  $L_{crit}$  [Pigeon, 1989].

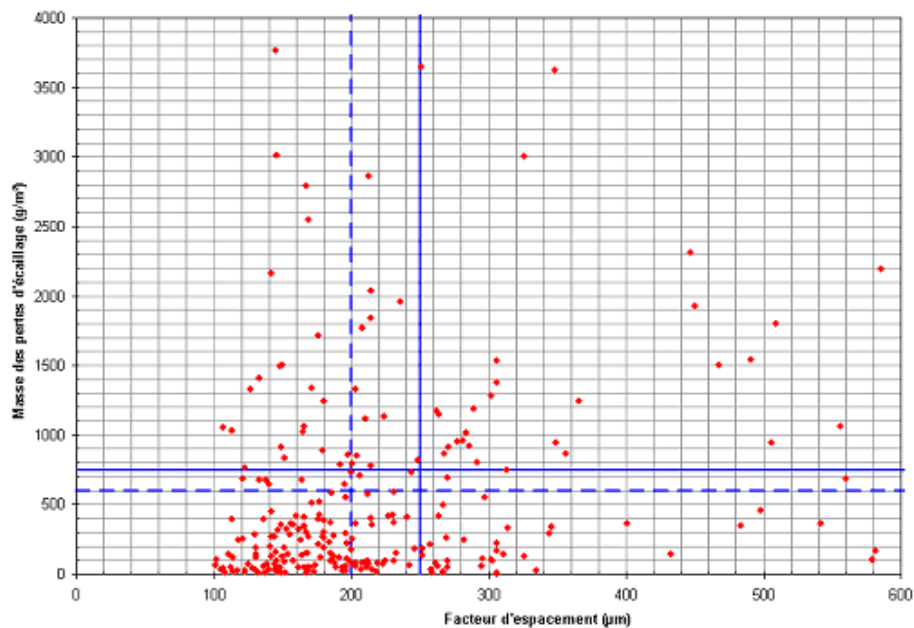


Figure 1.44 Relation entre le facteur d'espacement (seuils de 200 et 250  $\mu\text{m}$ ) et l'écaillage (seuils de 600 et 750  $\text{g}/\text{m}^2$ ) d'après [Prost et Orcel, 2003], les seuils sont issus de [Recommandations gel, 2003]

La Figure 1.44 présente la relation entre le  $L_{\text{barre}}$  et l'écaillage en laboratoire selon la norme XP P 18-420 pour 266 formules de bétons. Les seuils portés sur ce graphe sont tirés de [Recommandations gel, 2003]. On constate qu'un  $L_{\text{barre}}$  inférieur à 200  $\mu\text{m}$  ne protège pas systématiquement de l'écaillage et que certains bétons sont peu sensibles à l'écaillage alors que le  $L_{\text{barre}}$  est largement supérieur à 200  $\mu\text{m}$ .

Le  $L_{\text{barre}}$  est une caractérisation intrinsèque des propriétés du matériau, mais c'est le  $L_{\text{crit}}$  d'un béton qui définit le seuil de résistance aux essais de gel interne. Il serait donc préférable de comparer la résistance à l'écaillage avec le  $L_{\text{crit}}$ . Cette lecture apporterait une cohérence possible entre les mécanismes d'écaillage et de gel interne avec une valeur d'écaillage faible et une résistance au gel interne assurée avec un facteur d'espacement tel que  $200 \mu\text{m} < L_{\text{barre}} < L_{\text{crit}}$ .

Par contre, on considère qu'un béton caractérisé par un  $L_{\text{barre}} < 200 \mu\text{m}$  est résistant au gel interne (voir section 1.3.1.2). Mais dans ce cas, la Figure 1.44 présente également des bétons faiblement résistants à l'écaillage. Face à ce constat, deux hypothèses sont possibles :

- le gel interne et l'écaillage sont issus de deux mécanismes qui ne présentent pas de corrélation,
- le gel interne peut exister pour des bétons présentant un  $L_{\text{barre}}$  inférieur à 200  $\mu\text{m}$ .

Cette absence apparente de lien implique en pratique de caractériser indépendamment la résistance aux deux types d'exposition. Ainsi, un béton pour lequel on spécifie la résistance à l'écaillage est également soumis à une exposition au gel interne. La qualification de la résistance au gel interne est généralement validée par la caractérisation du facteur d'espacement et la résistance à l'écaillage par l'essai performantiel (voir section 1.5.2 et Annexe 1).

### 1.3.3 PARAMETRES D'INFLUENCE DE LA RESISTANCE AU GEL ET A L'ÉCAILLAGE

#### 1.3.3.1 Formulation du béton

Le paragraphe 1.3.1.3 présente les paramètres de premier ordre influençant la résistance au gel-dégel d'un béton traditionnel : le rapport E/C, le réseau d'air entraîné. L'ensemble des composants d'un béton a aussi une influence sur la résistance au gel-dégel du matériau hydraté :

- les granulats doivent eux-même être résistants au gel (voir Annexe 1); par ailleurs ils influent sur la porosité du béton avec la création d'une auréole de transition (voir 1.1.2.3),
- les différents adjuvants dont les interactions chimiques entre eux et avec le ciment ne doivent pas nuire à la stabilité du réseau d'air entraîné,
- le ciment composé de clinker, d'ajouts et de substituts cimentaires qui modifient l'hydratation des bétons et donc leur comportement y compris les propriétés de résistance au gel et à l'écaillage.

Les bétons formulés avec des ciments contenant une forte proportion d'ajouts ou substituts au clinker font l'objet d'études spécifiques et leur emploi pour des bétons exposés au gel reste très encadré (voir en Annexe 1). Les études expérimentales sur ces bétons ont mis en évidence l'influence des étapes de stockage-conservation sur le résultat avec, en particulier, des effets liés à la carbonatation lors des phases de séchage à 65% d'humidité relative [Utgenannt, 2004].



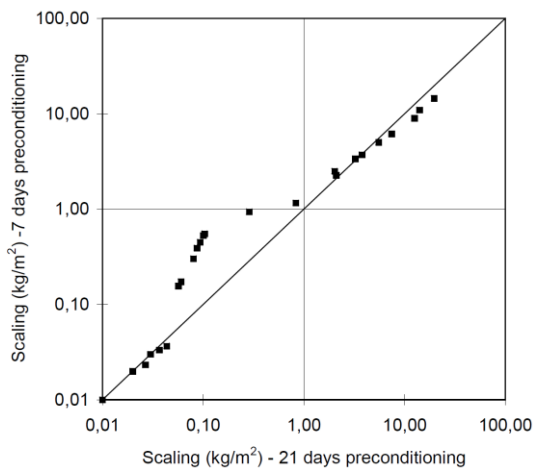
### 1.3.3.2 Mise en oeuvre

Tout comme pour la cure, l'importance des étapes de conservation et de stockage est démontrée pour les essais en laboratoire et se vérifie pour les réalisations sur chantier. Durant le malaxage, le transport, la mise en place, et jusqu'au durcissement du béton, il est nécessaire de s'assurer de la stabilité de l'air occlus dans le béton frais. Il faut également noter que la quantité d'air entraîné peut varier en fonction des conditions de fabrication (matériel, températures, etc.).

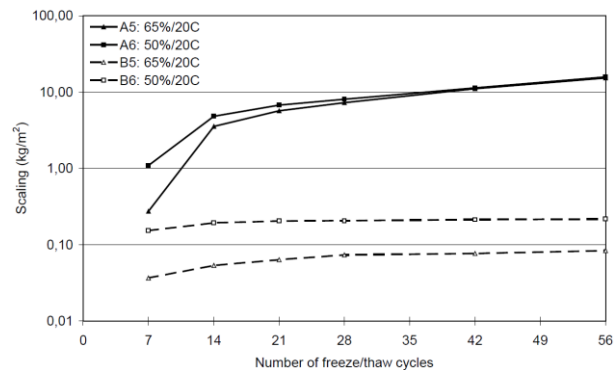
Les coffrages et les huiles associées influent sur les propriétés de la surface exposée et donc sur la résistance du béton soumis à l'écaillage. Des essais comparatifs [CETE de Lyon, 2008] insistent sur la nécessité d'employer des cires et des moules en acier pour réaliser les essais en laboratoire selon la norme XP P18-420. Une autre campagne d'essais [CETE de Lyon, 2010] traite, entre autres, de la mise en place par table vibrante. Elle démontre une qualité du compactage nettement inférieure avec la table disponible dans le commerce (NF EN 12390-2, fréquence de vibration de 40 Hz) en comparaison à la table de référence (NF P18-421, fréquence de vibration de 150 Hz) mais qui reste néanmoins sans conséquence sur le résultat d'écaillage.

### 1.3.3.3 Cure, conservation, stockage

Le rapport d'essais croisés français d'écaillage [CETE de Lyon, 2008] présente une procédure détaillée pour la réalisation de l'essai d'écaillage selon la norme XP P 18-420 après avoir observé certaines différences d'interprétation entre les 4 laboratoires participants aux essais. [Germain & Pierre, 2007] présentent également la nécessité d'harmoniser les pratiques afin de pouvoir faire des comparaisons inter-laboratoires.



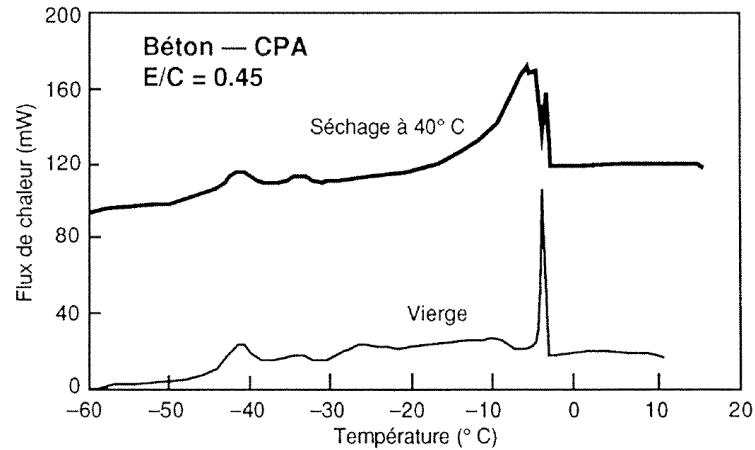
**Figure 1.45** Influence de la durée de la conservation en eau sur le résultat d'écaillage (sur surface sciée), d'après [Utgenannt & Petersson, 1997]



**Figure 1.46** Influence du pourcentage d'humidité relative à 20°C lors de la période de séchage sur le résultat d'écaillage sur surface moulée de deux bétons traditionnels (A : 420 kg/m<sup>3</sup> de ciment et 1,2% d'air entraîné, B : 380 kg/m<sup>3</sup> de ciment 2,9% d'air entraîné), d'après [Utgenannt & Petersson, 1997]

La période de séchage à 65% d'humidité relative est une phase délicate quant à la reproductibilité du taux de séchage des corps d'épreuve. [Utgenannt & Petersson, 1997] ont montré que la durée de cette étape et le pourcentage d'humidité relative influent sur la résistance à l'écaillage au travers du niveau de carbonatation de la surface testée. Comme le montre la Figure 1.45, une conservation en eau de 7 jours plutôt que 21 jours avant sciage conduit à une augmentation de l'écaillage d'un béton de type OPC dans une gamme de résultats comprise entre 100 et 1000 g/m<sup>2</sup>. La modification du pourcentage d'humidité relative lors de la période de séchage induit également une différence sur cette résistance comme l'indique la Figure 1.46.

La Figure 1.45 indique qu'une étude paramétrique expérimentale sur le sujet de l'écaillage doit être menée sur une gamme étendue de résultats pour apporter une conclusion pertinente.



**Figure 1.47 Effet du séchage sur la quantité d'eau gelable dans un béton traditionnel [Marchand, 1993]**

Cette phase de séchage est indispensable pour réaliser le collage des bandes néoprènes latérales indispensables pour réaliser l'essai d'écaillage français selon la norme XP P 18-420 ou le "slab-test", essai d'écaillage de référence de la prEN/CEN TS 12390-9. Selon [Vuorinen, 1973], cet enchaînement séchage/ré-humidification entraîne une augmentation de la quantité d'eau gelable dans un béton séché puis re-humidifié. Ce constat est confirmé par les mesures calorimétriques comparées dans la Figure 1.47 sur un béton et un béton séché à 40°C puis re-saturé.

Lors de la réalisation d'un essai de gel interne français (NF P 18-424 et NF P 18-425), il n'y a pas de période de séchage et de ré-humidification des éprouvettes. Les comparaisons entre un essai de gel interne et un essai d'écaillage sont délicates car elles ne présentent pas les mêmes conditions de saturation en eau. En effet, dans le cadre d'un essai d'écaillage, la procédure de préparation des corps d'épreuve impose après un stockage en eau, une période de séchage, de ré-humidification à l'eau (sans NaCl), et d'application d'une lame de saumure en surface. Le corps d'épreuve présente un gradient spatial du degré de saturation en fonction des propriétés de transfert du matériau.

#### *1.3.3.4 Cycle de température*

Il ressort de la présentation des différents essais en laboratoire (voir le paragraphe 1.4) qu'il est délicat de réaliser des comparaisons directes sur les effets des cycles de gel-dégel en raison des différences expérimentales (dimension des corps d'épreuve, immersion, etc.). On note en particulier que la position du contrôle de la température peut se trouver à quelques centimètres du corps d'épreuve (ambiance, air ou liquide), en surface du corps d'épreuve, ou encore au cœur de ce dernier.

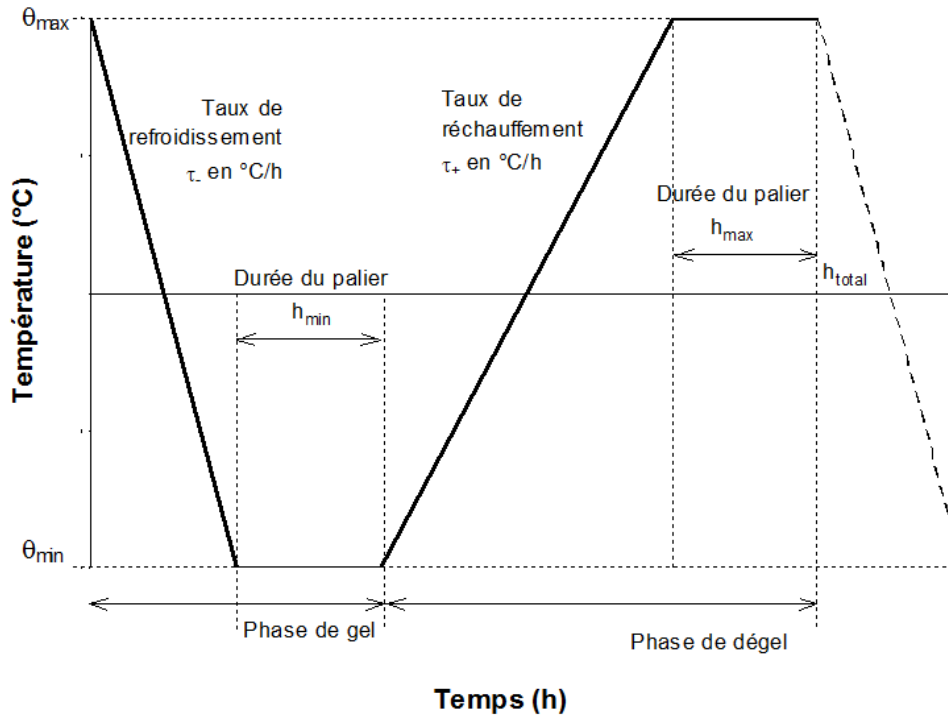


Figure 1.48 Description des paramètres généraux d'un cycle de gel-dégel

Qu'il s'agisse de gel interne ou d'écaillage, certains paramètres du cycle de gel-dégel décrits dans la Figure 1.48 peuvent modifier notablement le niveau de détérioration d'un béton durci. Les résultats de nombreuses études paramétriques [Powers & Helmut, 1953], [Hammer & Sellevold, 1990], [Sellevold & Farstad, 1991], [Setzer & Hartmann, 1991], [Studer, 1993], [Jacobsen, 1995], [Marchand & al., 1995], [Peterson & Lundgren, 1997], et [Lindmark, 1998] sont reportés ci-dessous et résumés dans la Figure 1.49 :

- le nombre de cycles appliqués ( $n$ ) : paramètre majeur lié à la « propagation » de la détérioration.
- le taux de refroidissement ( $\tau_-$  en  $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ) : ce paramètre est influent sur les résultats d'essai. Lors d'essais de gel interne, la détérioration augmente quand  $\tau_-$  diminue ( $\tau_-$  est de l'ordre de  $-6^{\circ}\text{C}/\text{h}$  pour les essais actuels) car les pressions hydrauliques se développent fortement (pas suffisamment de temps pour la mise à l'équilibre). Par contre, lors d'un essai d'écaillage, la détérioration augmente avec la continuité d'un état d'équilibre dans le matériau et donc quand  $\tau_-$  augmente ( $\tau_-$  est de l'ordre de  $-4^{\circ}\text{C}/\text{h}$  pour l'essai d'écaillage actuel).
- la température minimale du cycle ( $\theta_{\min}$  en  $^{\circ}\text{C}$ ) : le niveau des dégradations s'intensifie avec l'abaissement de  $\theta_{\min}$ . Au-dessus d'une valeur minimale de  $-9^{\circ}\text{C}$  pour  $\theta_{\min}$ , les détériorations deviennent expérimentalement inexistantes pour l'écaillage.
- la durée du palier ( $h_{\min}$  en heure) à  $\theta_{\min}$  : l'écaillage existe même si  $h_{\min} = 0$ , mais il croît avec  $h_{\min}$ . Pour le gel interne, l'influence de  $h_{\min}$  apparaît comme mineure face à  $\tau_-$ .
- le taux de réchauffement  $\tau_+$  et la durée du palier  $h_{\max}$  à la température maximale  $\theta_{\max}$  pour la phase de dégel : aucune étude disponible sur l'influence des différents paramètres de cette phase sur la détérioration d'un matériau cimentaire. La pratique constante est le dégel de la totalité de la solution aqueuse contenue dans le corps d'épreuve entre chaque phase de gel.

	Gel interne	Écaillage
Nombre de cycles $n$	Augmentation de la dégradation avec $n$	
Taux de refroidissement $\tau_{\cdot}$	Augmentation de la dégradation avec un Refroidissement rapide Recherche d'un déséquilibre $\tau_{\cdot} < -6^{\circ}\text{C/h}$	Augmentation de la dégradation avec un Refroidissement lent Recherche d'un équilibre $\tau_{\cdot} > -4^{\circ}\text{C/h}$
Température minimale $\theta_{\min}$	Augmentation de la dégradation avec l'abaissement de $\theta_{\min}$	
		Pas de dégradation si $\theta_{\min} > -9^{\circ}\text{C}$
Durée du palier $h_{\min}$ à $\theta_{\min}$	Peu d'influence par rapport à $\theta_{\min}$ et surtout $\tau_{\cdot}$	Existe même si $h_{\min}$ mais la dégradation augmente avec $h_{\min}$
Réchauffement $\tau_{+}$ , $\theta_{\max}$ et $h_{\max}$	Influence non connue	

Figure 1.49 Influence connue des paramètres du cycle de gel-dégel sur le gel interne et l'écaillage

Ces tendances expérimentales indiquent des comportements différents entre le gel et l'écaillage en particulier pour le taux de refroidissement  $\tau_{\cdot}$  et la durée du palier  $h_{\min}$  à la température minimale  $\theta_{\min}$ , ce qui tend à séparer les mécanismes sous-jacents aux deux phénomènes.

### 1.3.4 ANALOGIE AVEC LA DETERIORATION DES ROCHES

Les roches sont des géomatériaux qui présentent de nombreuses analogies avec les bétons, y compris dans leur comportement face à l'exposition à des cycles de gel-dégel comme illustré par la Figure 1.50. Le projet de recherche européen [I-Stone, 2006] rapporte dans son rapport bibliographique des études analogues à celles réalisées sur le béton avec en particulier l'étude du réseau poreux et le degré de saturation.



Figure 1.50 Roche calcaire poreuse présentant un degré de saturation supérieur à 95% et une forte détérioration au gel-dégel (fissures et écaillage) – façade d'immeuble, Copenhague, Danemark d'après [I-Stone, 2006]

Dans ses travaux de thèse, [Wessman, 1997] immerge des prismes (3x3x12 cm) de roches préalablement séchées, dans des solutions contenant différentes concentrations en sels. Le comportement du géomatériau soumis à des cycles de gel-dégel est analogue à celui des bétons, y compris en ce qui concerne l'effet pessimum, comme l'indique la Figure 1.51.

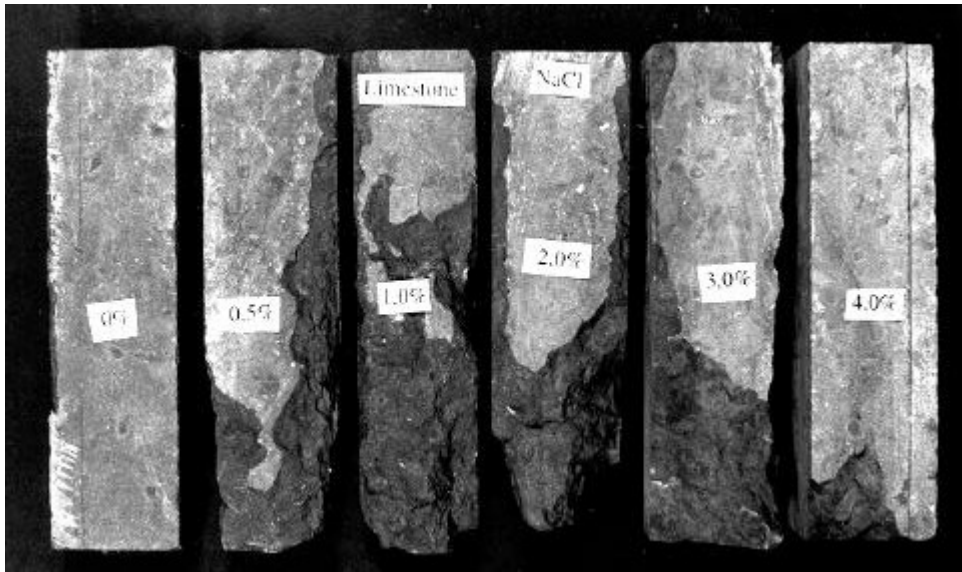


Figure 1.51 Prismes de calcaire immergés dans une solution contenant de 0 à 4% de NaCl, après 4 cycles de gel-dégel [Wessman, 1997]

Dans le cadre d'expérimentations en laboratoire, [Letavernier & Ozouf, 1987] ont exposé une grande variété de roches présentant différents degrés de saturation en eau, à des cycles journaliers de gel-dégel. Ils ont classé la morphologie des gélifractions en 3 types en fonction de la porosité de la roche et leur ont associé des mécanismes de détérioration :

- la *gélidisjonction* qui affecte les roches préalablement fissurées après seulement quelques cycles de gel-dégel. La forme des gélifractions reprend la forme des fissures initiales. Les auteurs considèrent que le changement de phase de l'eau dans les fissures lors du changement de phase est responsable de cette dégradation.
- l'*écaillage* des roches à pore moyen (pores capillaires connectés de 0,1 à 1,0  $\mu\text{m}$ ) se présente sous une forme incurvée caractéristique et s'observe lorsque le matériau, partiellement saturé (ordre de grandeur de 85%), est soumis à un cycle de température au taux de refroidissement lent. Pour les auteurs, la formation de lentilles de glace et la cryosuccion provoqueraient le détachement des écailles à la surface d'un bloc.
- l'*explosion* de la roche macro-poreuse (macro-pores  $\phi > 1 \mu\text{m}$  connectés par un réseau de micro-pores  $\phi < 1 \mu\text{m}$ ), qui s'observe pour une roche saturée en eau avec un fort taux de refroidissement. Dans ce cas, une imperméabilisation à l'arrière du front de gel et l'expansion volumique de la glace augmenterait la pression de l'eau encore liquide qui conduirait à l'explosion de la roche. En pratique ce type de roche est faiblement gélif car il est difficile d'atteindre un niveau de saturation élevé (saturation sous vide ou immersion prolongée par dissolution des bulles d'air piégées).

Cette description présente l'intérêt de proposer des mécanismes de détérioration dont la distinction provient de la morphologie de la gélifraction.

[Doehne, 2002] propose une revue bibliographique sur la participation des sels dans la dégradation des matériaux de construction (cf. Figure 1.52). Il met en exergue la difficulté de généraliser des résultats dans le cadre d'un schéma de détérioration aux nombreux paramètres d'influence ignorés lors d'études expérimentales spécifiques.

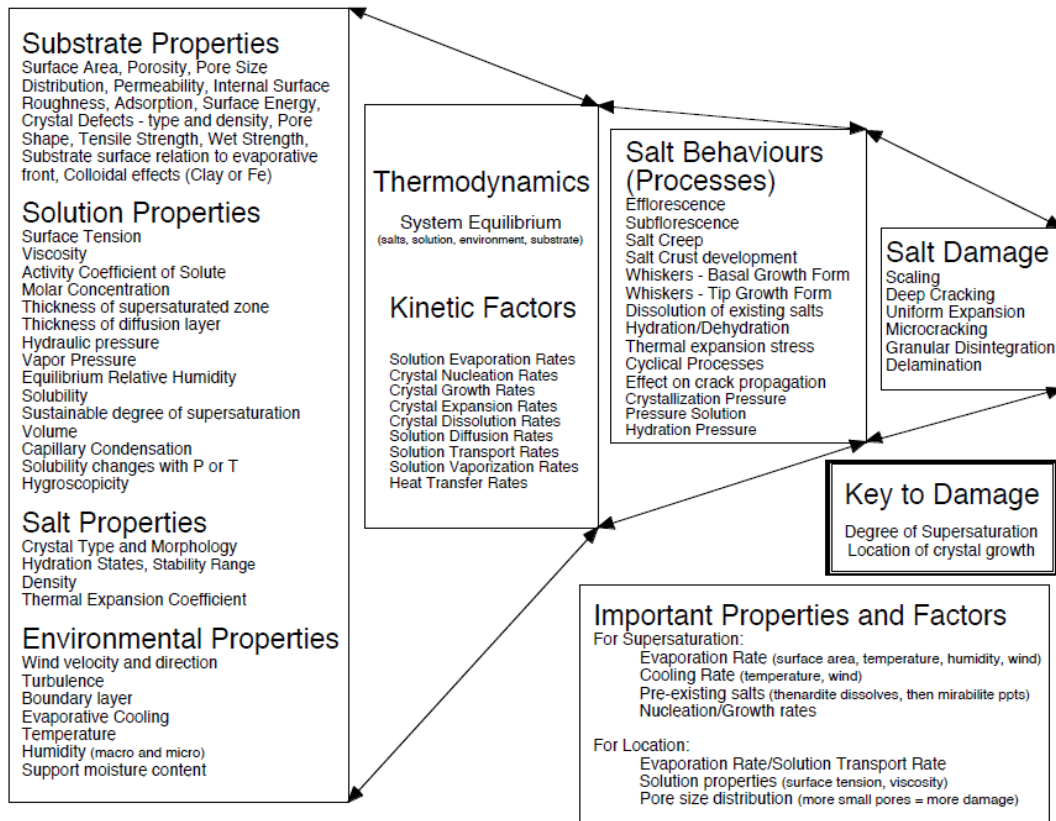


Figure 1.52 Diagramme des propriétés, facteurs et comportements dans le mécanisme de cristallisation des sels [Doehne, 2002]

## 1.4 ESSAIS EN LABORATOIRE DE CARACTERISATION DE LA RESISTANCE AU GEL-DEGEL ET A L'ECAILLAGE

### 1.4.1 ESSAIS PERFORMANTIELS DE RESISTANCE AU GEL DES BETONS

#### 1.4.1.1 Essais performantiels français de résistance au gel interne

Les essais normalisés Français de résistance au gel sont les essais :

- NF P 18-424 « Essais de gel sur béton durci. Gel dans l'eau, dégel dans l'eau »
- NF P 18-425 « Essais de gel sur béton durci. Gel dans l'air, dégel dans l'eau »

Ces deux essais sont identiques à l'exception des conditions de saturation du béton qui est immergé ou dans l'air en phase de gel. Ils sont communément appelés gel sévère et gel modéré, en rapport au niveau de saturation du béton et à l'intensité de dégradation qui s'y rapporte en général. On ne retiendra pas cette dénomination en raison d'une possible confusion avec la terminologie des conditions d'exposition climatique (voir section 1.5).

Les caractéristiques techniques de l'essai sont les suivantes :

- corps d'épreuve : prismes  $10 \times 10 \times 40 \text{ cm}^3$  équipés de plots de mesures de déformation aux extrémités et conservés de 24 h à 28 j en eau à  $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ,
- cycles de température : 300 cycles de 6 h,  $\theta_{\text{max}} = +9^\circ\text{C}$  et  $\theta_{\text{min}} = -18^\circ\text{C}$  (cf. Figure 1.66 pour détails),
- mesures : fréquence de résonance  $f$  et allongement  $L$ .

Le carré de la fréquence de résonance est proportionnel au module d'élasticité dynamique. Ainsi, au  $n^{\text{ième}}$  cycle, le carré normalisé des fréquences de résonance  $(f_n/f_0)^2$  est égal au module normalisé d'élasticité  $(E_n/E_0)$ .

Les critères d'acceptation de [Recommandations gel, 2003] sont :

- phases d'étude et de convenance :  $(f_{300}/f_0)^2 \geq 75\%$  et  $(\Delta l/l_0) \leq 400 \text{ }\mu\text{m/m}$ ,
- phase de contrôle :  $(f_{300}/f_0)^2 \geq 60\%$  et  $(\Delta l/l_0) \leq 500 \text{ }\mu\text{m/m}$ .

En relation avec les paramètres d'influence identifiés sur la résistance au gel-dégel des bétons, on retient en particulier :

- un contrôle de la température à cœur du prisme testé,
- un taux de refroidissement rapide générant un fort gradient thermique au sein de l'éprouvette qui ne permet pas un rétablissement rapide de l'équilibre au sein du matériau,
- une température minimale de  $-18^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  qui correspond au gel de l'eau dans un pore d'un rayon de l'ordre de 3 nm (cf. Figure 1.36) et assure donc (hors surfusion) la solidification de l'eau contenue dans les pores capillaires.

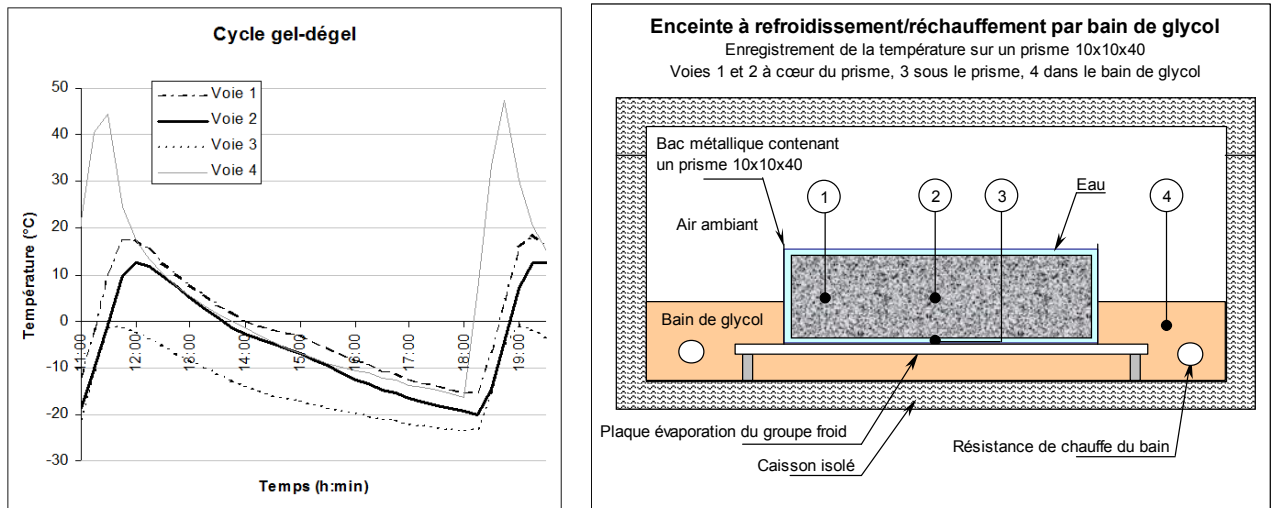


Figure 1.53 Enregistrement des températures au cours d'un cycle de gel-dégel en différentes positions d'un prisme 10x10x40 (essai de gel interne NF P 18-424) et enceinte climatique fonctionnant par bain de glycol

Il faut toutefois noter qu'il existe différentes techniques de refroidissement et de réchauffement des éprouvettes qui permettent de répondre à la spécification normative en terme de contrôle du cycle à cœur de l'éprouvette. Cela peut se traduire par des répartitions de température différentes au sein d'un prisme comme indiqué dans le graphe de la Figure 1.53.

#### 1.4.1.2 Essais performantiels européens de résistance au gel interne

Les essais de détérioration au gel interne des bétons sont actuellement référencés dans le rapport technique CEN/TR 15177:2006. Trois méthodes d'essais sont disponibles : le "beam test" comme méthode de référence et deux méthodes alternatives (le "slab-test" et le "CIF test").

Le beam test correspond à l'essai NF P 18-424 présenté ci-dessus, à l'exception du cycle de température pour lequel il impose l'application d'un minimum de 56 cycles dans de l'eau déminéralisée.

Le cycle de température dure 12 heures (8 h de refroidissement, 4 h de réchauffement) et présente les caractéristiques suivantes :

- un taux de refroidissement  $\tau_r = 2,85^\circ\text{C/h}$  une température minimale  $\theta_{\min} = -20^\circ\text{C}$ ,
- l'absence de palier  $h_{\min} = 0$  h,
- une remontée en température effectuée en 2 h;  $\theta_{\max} = 13 \pm 9^\circ\text{C}$  et un palier de  $h_{\max} = 2$  heures.

Les mesures effectuées sont, comme pour les essais français, l'allongement relatif, le module d'élasticité (fréquence de résonance ou sonde capacitive ultra-son, cf. Figure 1.54) et le suivi de la masse.

Le slab-test est détaillé dans le paragraphe 1.4.3 car le même essai est utilisé pour mesurer le gel interne et l'écaillage. De même, le CIF<sup>2</sup> test correspond au CDF<sup>3</sup> test présenté à la section 1.4.3 sur lequel on caractérise la résistance au gel interne par les mesures du module d'élasticité dynamique et de gonflement. Pour ces deux essais, la solution d'exposition à la surface de l'éprouvette est, soit de l'eau déminéralisée, soit une solution contenant 3% de NaCl.

<sup>2</sup> CIF : Capillary suction, Internal damage and Freeze-thaw Test

<sup>3</sup> CDF : Capillary suction of Deicing solution and Freeze-thaw test



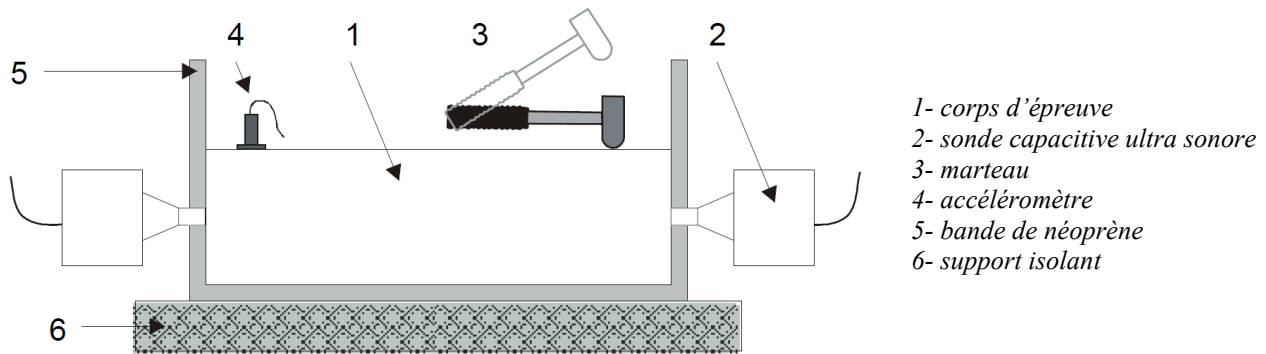


Figure 1.54 Slab-test – Évaluation du module d'élasticité par mesure de la fréquence de résonance ou la vitesse de transmission des ondes ultrasonores d'après le CEN/TR 15177:2006

La difficulté de la maîtrise des conditions de saturation initiale du corps d'épreuve (voir 1.3.3.3 et 1.4.3.2) rend délicate l'analyse des mesures de gel interne en condition partiellement saturée.

## 1.4.2 CARACTERISATION DE L'AIR CONTENU DANS UN BETON

### 1.4.2.1 Mesure de l'air occlus

Le réseau de bulles d'air se caractérise dans un premier temps par la teneur en air occlus sur béton frais. Cette mesure s'effectue selon la norme NF EN 12350-7 à l'aide d'un aéromètre double chambre ou d'un aéromètre à colonne. Cette mesure simple et immédiate, permet une vérification rapide, moins coûteuse et donc plus fréquemment mise en œuvre que la vérification du facteur d'espacement.

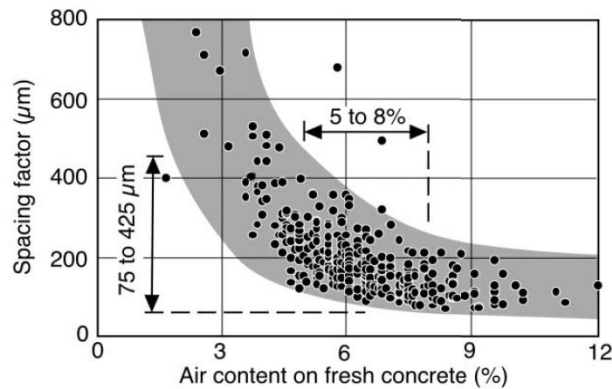
Le facteur d'espacement est une valeur relative à la quantité de pâte cimentaire d'un béton et l'air occlus est proportionnel au volume de béton. La prise en compte de la proportion volumique des granulats dans [Recommandations gel, 2003] se traduit, pour des facilités d'application, par le tableau de la Figure 1.55.

Air occlus recommandé en fonction de la dimension des granulats d'un béton				
Dimension des granulats ( $\phi_{\min}/\phi_{\max}$ mm)	0/10	0/15	0/20	0/40
Air occlus recommandé (%)	6 à 10	5 à 9	4 à 8	3 à 7

Figure 1.55 Air occlus recommandé en fonction de la dimension des granulats composant le béton [Recommandations gel, 2003]

Ces valeurs, indicatives, traduisent une première approche de la quantité d'air nécessaire pour générer un réseau de bulles d'air dans le béton. Toutefois, cette quantité d'air ne caractérise pas la dimension et la répartition des bulles d'air dans la pâte cimentaire. Dans la Figure 1.56, on constate qu'un béton contenant 5 à 8% d'air occlus se traduit par un facteur d'espacement compris entre 75 et 425  $\mu\text{m}$  face à des seuils de 200, 250 ou 300  $\mu\text{m}$  selon l'exposition et la phase correspondante (étude, convenance ou contrôle).

La correspondance entre la valeur du  $L_{\text{barre}}$  et la mesure de l'air occlus est établie pendant les phases d'étude et de convenance. Cette correspondance est vérifiée lors de la phase de contrôle puis des mesures d'air occlus plus fréquentes sont réalisées avec les valeurs précédemment établies et servant de référence pour ce chantier.



**Figure 1.56 Relation entre mesure d'air occlus (béton frais) et  $L_{\text{barre}}$  (béton durci) sur plus de 600 bétons [Pleau & al., 2001]**

On retiendra que la valeur systématique de 4% d'air occlus dans un béton, imposée par la NF EN 206-1 correspond approximativement à un béton de granulométrie 0/20 mm. Cette spécification est une condition nécessaire mais pas suffisante pour s'assurer d'une valeur minimale de  $L_{\text{barre}}$  dans un béton durci.

#### 1.4.2.2 Détermination du facteur d'espacement

Depuis une trentaine d'années, de nombreuses méthodes automatisées par analyse d'images ont permis de faire évoluer les techniques sur la mesure du réseau de bulles d'air dans un béton. Ces nouvelles méthodes, si elles ont permis de limiter l'influence de l'opérateur, comportent de manière générale trois défauts majeurs :

- pas d'évaluation de la proportion de pâte cimentaire dans le béton,
- la préparation des échantillons est plus délicate du fait des étapes manuelles de coloriage des granulats poreux,
- la faible résolution des matériels d'acquisition d'image.

Pour plus d'information sur ces autres méthodes et les résultats qu'elles permettent d'obtenir, le lecteur pourra utilement se reporter à [Peterson & al., 2001], [Hanson, 2012], [Zalocha & al., 2005], [Dipayan & al., 2007], [True & al., 2010], [Peterson & al., 2012], [Ramezani pour & Hooton, 2012].

On présente les deux méthodes potentiellement applicables en France :

- la norme ASTM C457 pour la méthode de comptage par points par opérateur manuel, référencée dans [Recommandations gel, 2003] et appliquée depuis plus de 20 ans en France,
- la norme NF EN 480-11 pour la méthode par analyse d'image qui est applicable depuis 2006 mais ne dispose pas de référence en France et nécessite de connaître la proportion de pâte pour réaliser le calcul, ce qui la rend inopérante si l'on ne connaît pas la composition du béton.

Ces deux méthodes de mesure du facteur d'espacement sont réalisées sur une plaque de béton durcie spécialement polie et préparée pour cet essai. Elles emploient des outils stéréologiques pour évaluer quantitativement une structure 3D à partir de sondes géométriques de différentes dimensions : points, lignes ou plans. Les méthodes de mesures présentent donc des biais ou des incertitudes d'origines différentes :

- préparation de la surface du béton testé et sondes géométriques,
- validité statistique de la capacité des outils stéréologiques à retranscrire les résultats en 3D.

Les outils stéréologiques utilisés pour l'évaluation du  $L_{barre}$  réalisent une première approximation en considérant que les bulles d'air sont sphériques. Les sondes géométriques utilisées sont surfaciques (cercles), linéaires (cordes) ou ponctuelles.

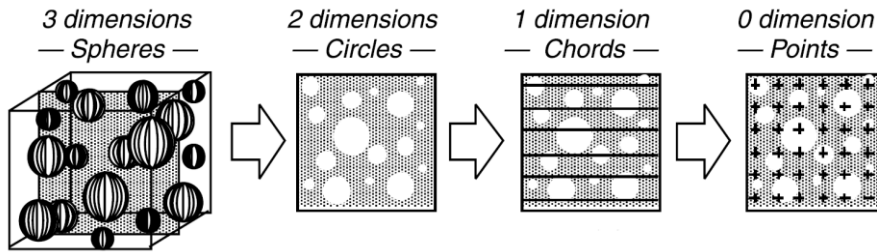


Figure 1.57 Sondes géométriques appliquées à l'évaluation du  $L_{barre}$  [Pleau & al., 2001]

[Powers, 1949], après avoir évalué par méthode ponctuelle le réseau de bulles d'air, propose deux modèles de calcul du  $L_{barre}$ . Le premier modèle homogénéise une faible quantité de pâte cimentaire rapportée à la surface d'une bulle d'air dont la surface représente la surface de la totalité des bulles d'air présentes. Pour une plus grande quantité de pâte, le volume et le nombre total de bulles sont conservés, avec un rayon moyen identique et un arrangement cubique. Powers a retenu la distance la plus faible obtenue avec ces deux modèles.

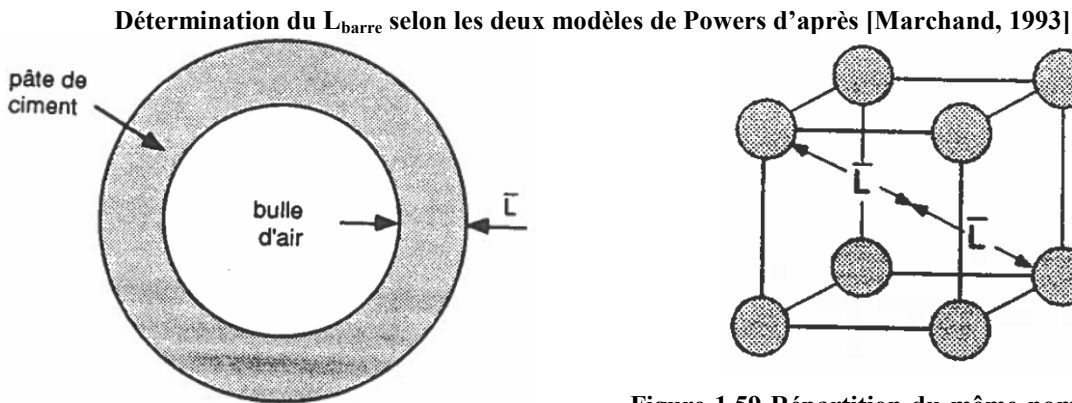


Figure 1.58 Évaluation de l'épaisseur de pâte cimentaire autour d'une bulle d'air de surface équivalente à la somme de la surface des bulles

Figure 1.59 Répartition du même nombre de bulles d'un volume moyen dans un arrangement cubique et calcul de la demi-distance entre deux bulles d'air

La validité statistique de 6 modèles d'évaluation du  $L_{barre}$  a été testée à l'aide d'une simulation numérique par [Snyder, 1998]. Cette étude indique que le modèle de [Powers, 1949] appliqué dans les normes d'évaluation du  $L_{barre}$  reste un des plus précis.

La méthode de comptage par points de l'ASTM C457 utilise ces deux modèles, ce qui conduit aux équations [Pleau, 1986] :

$$\bar{L} = \frac{Sp \times I}{4 \times N} \text{ lorsque } \frac{P}{A} \leq 4,33$$

$$\bar{L} = \frac{3}{\alpha} \times \left[ 1,4 \times \left( \frac{P}{A} + 1 \right)^{\frac{1}{3}} - 1 \right] \text{ lorsque } \frac{P}{A} \geq 4,33$$

Où

- $Sp$  : nombre de point correspondant à de la pâte
- $Sv$  : nombre de point correspondant à un vide d'air
- $St$  : nombre total de points de comptage
- $N$  : nombre total de vides d'air interceptées
- $I$  : pas de comptage ( $\mu m$ )
- $\alpha$  : surface spécifique des bulles d'air ( $\mu m^{-1}$ )
- $P$  : proportion de pâte (%)
- $A$  : proportion d'air (%)

La surface spécifique d'une bulle d'air est égale au rapport entre sa surface et son volume,  $\alpha$  est calculé avec le diamètre moyen d'une bulle et se calcule de la manière suivante :  $\alpha = \frac{4 \times N}{S_v \times I}$ .

En pratique, lors du comptage, l'opérateur manuel relève le nombre de points de comptage correspondant à de la pâte,  $S_p$ , le nombre de points correspondant à un vide d'air,  $S_v$ , et le nombre de vides d'air interceptés,  $N$ . Trois paramètres indépendants permettent donc de calculer les expressions caractérisant le réseau de bulles d'air. On notera toutefois que :

- $S_p$  identifie une des trois phases du matériau cimentaire et permet de calculer directement la surface de pâte  $P = S_p / S_t$ ,
- $S_v$  et  $N$  sont deux paramètres caractérisant le réseau de bulles d'air qui permettent de calculer la quantité d'air  $A = S_v / S_t$  et la surface spécifique d'une bulle d'air calculé avec le diamètre moyen d'une bulle :  $\alpha = \frac{4 \times N}{S_v \times I}$ .

$S_p$  ou  $P$  ne représentent qu'un paramètre de comptage et sont indépendants de  $S_v$ ,  $N$ ,  $A$  et  $\alpha$ . Le positionnement du réseau de bulles d'air dans la proportion de pâte permet d'évaluer le  $L_{\text{barre}}$  à l'aide des deux modèles présentés dans la Figure 1.58 et la Figure 1.59.

Parmi les paramètres caractérisant le réseau de bulles d'air,  $S_v$  et  $A$  représentent un seul paramètre de comptage et deux variables parmi ( $S_v$ ,  $N$ ,  $\alpha$ ) ou ( $A$ ,  $N$ ,  $\alpha$ ) sont indépendants et permettent de calculer l'ensemble des autres paramètres.

L'application de ces modèles pour la méthode dite d'interception des lignes de cordes (ou méthode de Rosiwal) de l'NF EN 480-11 conduit à des équations identiques.

En France, on dispose de peu de données sur l'évaluation des méthodes de mesure du facteur d'espacement par analyse d'image et on manque de résultats comparatifs avec la méthode de comptage par points. Les données issues de la littérature sont généralement limitées à la détection du réseau de bulles d'air (pas de segmentation des phases pâte/granulats) par analyse d'image [Pleau & al., 2001], [Ramezaniapour & Hooton, 2012], et caractérisent uniquement la fidélité de la méthode. Les résultats d'essais de répétabilité et de reproductibilité sur l'essai sont très peu nombreux : d'une part, les valeurs de surface de pâte sont issues du comptage manuel ou de la formulation théorique du béton, d'autre part, la préparation des plaques<sup>4</sup> est généralement réalisée par un seul laboratoire.

Une comparaison entre la méthode manuelle et une méthode automatisée par analyse d'image est présentée dans [Ramezaniapour & Hooton, 2012] avec l'utilisation des valeurs de surface de pâte calculées avec la formule théorique de fabrication du béton. La caractérisation des écarts obtenus entre les deux méthodes de mesure du facteur d'espacement est la suivante :

- moyenne des écarts de mesures 16%,
- écart type de 10% (coefficient de variation de 62%),
- incertitude élargie sur l'écart de mesure (intervalle de confiance à 95%) de 33%.

Lors d'une série d'essais croisés européen entre 13 laboratoires, [Elsen, 2001] présente les résultats d'évaluation du réseau de bulles d'air. Le calcul du  $L_{\text{barre}}$  avec les surfaces de pâtes obtenues par comptage manuel présente une incertitude (intervalle de confiance à 95%) de 30% sur la mesure par analyse d'image et un écart de 34% entre la mesure par analyse d'image et la mesure par opérateur manuel.

<sup>4</sup> La préparation des plaques comprend la découpe, le polissage, le remplissage des bulles d'air et, si la méthode le précise, l'encrage et la reprise des granulats poreux (masqués au feutre noir),

Les différents résultats (incertitudes ou écarts de mesures) issus des références confirment ces valeurs à l'exception de [Zalocha & al., 2005] qui obtiennent des écarts, entre la méthode de comptage par points et une méthode automatisée par analyse d'image, anormalement faibles (écarts entre les deux méthodes beaucoup plus faibles que l'incertitude de la méthode de comptage par points).

Enfin, on notera que [Pleau & al., 2001], après une comparaison entre la méthode manuelle de comptage par points et une méthode par analyse d'image, conclut que, s'il est possible d'évaluer le réseau de bulles d'air, cela reste conditionné à la qualité de la préparation des échantillons et à la nécessité de mesures comparatives avec la méthode par comptage manuel sur une gamme de béton étendue.

### 1.4.3 ESSAIS PERFORMANTIELS DE RESISTANCE A L'ÉCAILLAGE

#### 1.4.3.1 L'essai d'écaillage français XP P 18-420

L'essai d'écaillage XP P 18-420 est présenté dans son ensemble par la Figure 1.60. Au cours de cet essai, la surface exposée du béton est la face fond de moule représentant la surface coffrée d'un béton exposé sur site. Il est inspiré de l'essai canadien et sensiblement identique au slab-test<sup>5</sup>.

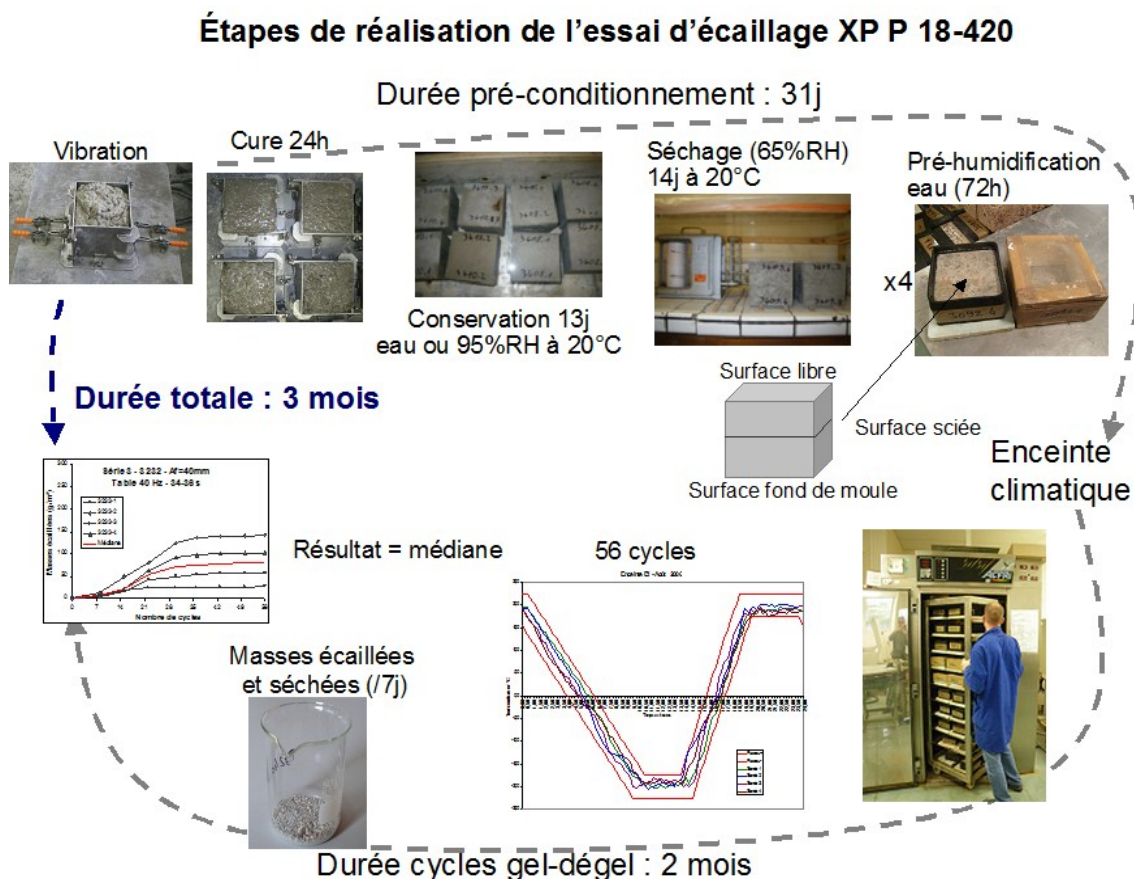


Figure 1.60 Réalisation de l'essai d'écaillage Français XP P 18-420

<sup>5</sup> Le slab-test est également appelé le Boras test du nom de la ville où est situé le laboratoire suédois qui l'a établi. Il est normalisé sous la référence normative SS 13 72 44.

Les procédures laboratoires d'application de la norme doivent être suffisamment précises pour limiter la variabilité du résultat liée à l'influence de certains paramètres présentés au paragraphe 1.3.3. On notera en particulier l'influence de la période de séchage à 65% d'humidité relative sur la résistance à l'écaillage des corps d'épreuve.

Une description détaillée de la réalisation de l'essai selon la norme XP P 18-420 et l'illustration d'un résultat d'essai est disponible en Annexe 5.

#### 1.4.3.2 Les essais performantiels d'écaillage européens prEN/CEN TS 12390-9

La spécification technique européenne prEN/CEN TS 12390-9 présente le slab-test comme méthode de référence et deux méthodes alternatives : le Cube test et le CDF test.

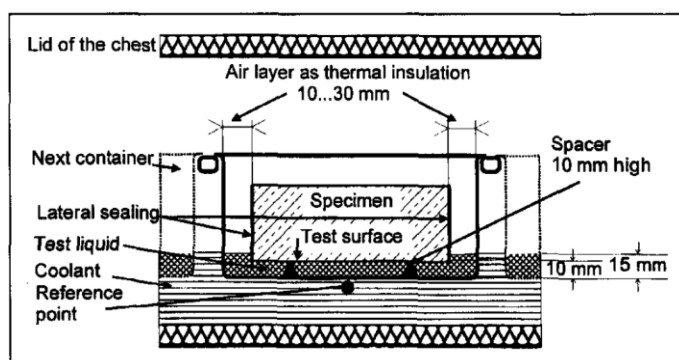


Figure 1.61 Le dispositif d'essai du CDF test [Setzer & al., 1996]

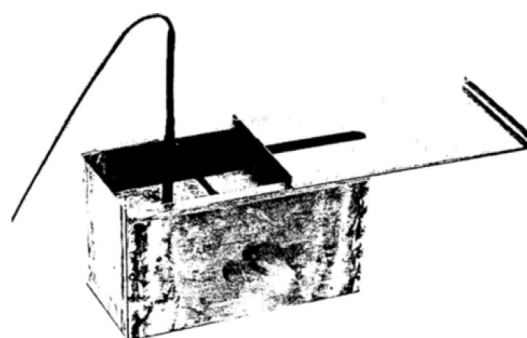


Figure 1.62 Cube-test container et sonde thermique [RILEM Draft recommandations, 1995]

Le CDF test a été développé en Allemagne [Setzer & al., 1996] et présente deux différences principales avec le slab-test : une ré-hydratation par absorption capillaire et immersion partielle du corps d'épreuve pour exposer la face testée et un cycle de température contrôlée dans le bain caloporteur (cf. Figure 1.61).

Le cube test se réalise avec un échantillon entièrement immergé dans une solution d'essai (cf. Figure 1.62). Le cycle de température est de 24 h et le contrôle de la température minimale de  $-15^{\circ}\text{C}$  s'effectue à cœur de l'échantillon.

Bien qu'il existe des variantes nationales, la prEN/CEN TS 12390-9 présente ces trois principales méthodes d'essais référencées dans la littérature technique. Il existe peu d'études comparatives entre les différents essais. D'une part, pour établir des comparaisons, certains paramètres sont à modifier comme le nombre de cycles appliqués ou le résultat de mesure (perte de masse relative ou perte de masse par unité de surface). D'autre part, ces essais sont appliqués à des matériaux différents (résistance et perméabilité) et les comparaisons faites ne sont pas forcément généralisables à toutes les gammes de bétons.

On notera cependant dans [Setzer & Auberg, 1994] une étude sur la reproductibilité et la répétabilité du CDF-test et une comparaison de 11 résultats d'essais entre le CDF-test et le slab-test (cf. Figure 1.63 et Figure 1.64). Les résultats d'essais du CDF-test présentent un écart type sensiblement égal à la moyenne des résultats, ce qui signifie que le coefficient de variation est de l'ordre de 1.

Dans cette étude les résultats du CDF-test sont trois fois supérieurs à ceux du slab-test arrêtés à 28 cycles. Il faut toutefois noter que cette étude ne précise pas les types de bétons testés et les

adaptations nécessaires à la comparaison (face testée, pré-conditionnement, etc.).

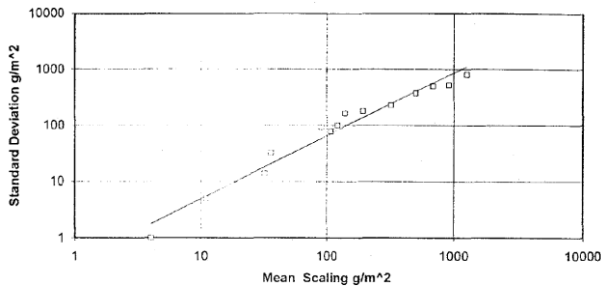


Figure 1.63 Répétabilité de l'essai d'écaillage CDF-test [Setzer & Auberg, 1994]

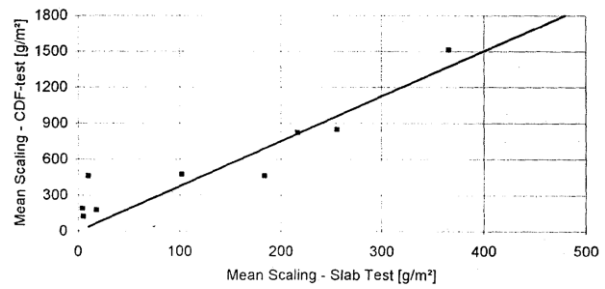


Figure 1.64 Comparaison des résultats à 28 cycles entre le CDF-test et le slab-test [Setzer & Auberg, 1994]

Plus récemment, [Germain & Pierre, 2007] ont comparé la sévérité de 5 essais de résistance au gel-dégel. Cette étude, menée dans trois laboratoires belges, a été réalisée dans la perspective de l'utilisation à terme d'une des trois méthodes proposées dans la prEN/CEN TS 12390-9 en remplacement des deux méthodes actuellement employées en Belgique. Cette étude conclut dans une première phase que l'interprétation des modes opératoires (application détaillée des procédures issues de la norme) conduit à des résultats d'une faible reproductibilité pour une même méthode d'essai. Dans une deuxième phase, avec des modes opératoires harmonisés et plus précis, l'exposition d'un béton fabriqué avec un CEM III/A 42,5 N permet d'observer une plus grande quantité de perte de masse en surface avec le CDF-test en comparaison aux résultats obtenus avec le Cube-test. Cette conclusion est confirmée dans [Boos & Giergiczny, 2010] au travers de la comparaison de 8 formules de bétons différentes.

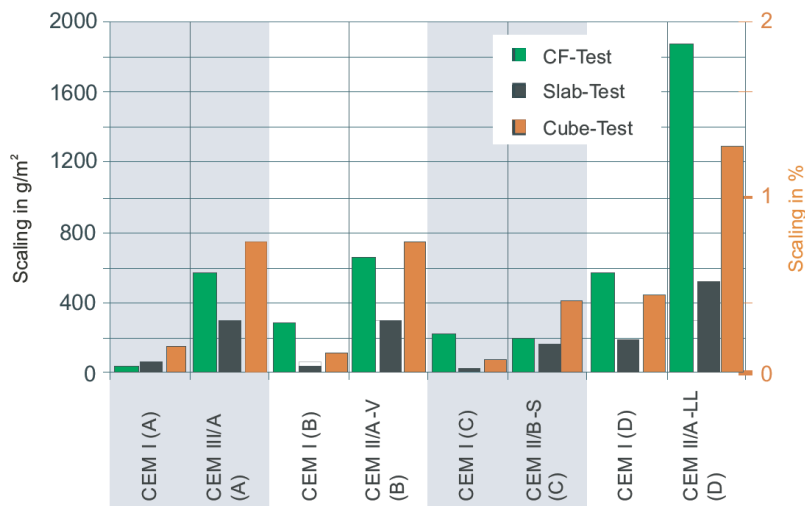


Figure 1.65 Comparaison des résultats des essais d'écaillage proposés dans la prEN/CEN TS 12390-9 d'après [Boos & Giergiczny, 2010]

Dans la Figure 1.65, les résultats du CDF-test et du slab-test exprimés en  $g/m^2$  ne sont pas directement comparables à ceux du Cube test exprimés en % de perte de masse. Les corps d'épreuve du Cube test étant de dimensions  $0,10 \times 0,10 \times 0,10 m^3$ , on peut calculer la correspondance entre 1% de perte de masse et  $383 g/m^2$  avec un béton d'une masse volumique de  $2,3 t/m^3$ . L'échelle du Cube test devrait donc être approximativement trois fois plus faible dans la Figure 1.65, ce qui le rend sensiblement équivalent ou moins sévère que le slab-test. Dans cette étude, la relation entre les résultats du CDF-test et ceux du slab-test n'est pas linéaire, contrairement à la conclusion de [Setzer & Auber, 1994] dans la Figure 1.64.

#### 1.4.4 AUTRES ESSAIS DE RESISTANCE AU GEL-DEGEL APPLICABLES EN FRANCE

Les bétons employés pour préfabriquer des produits en usine selon la norme NF EN 13-369 et couverts par une norme de produit, sont le plus souvent soumis à des essais spécifiques de résistance au gel-dégel.

Ces essais sont généralement basés sur une des trois méthodes présentées ci-dessus (slab-test, Cube-test ou CDF-test) en modifiant :

- la dimension des échantillons,
- les cycles de température et le nombre de cycles appliqués lors d'un essai,
- les conditions de saturation en eau et en sels,
- les mesures d'évaluation pour lesquelles on notera l'introduction d'un essai d'arrachement.

Il existe toutefois des normes de produit qui imposent des essais de gel-dégel spécifique. Ces normes précisent généralement les critères d'acceptation. Par exemple, la norme NF P 98-052, qui est applicable aux appuis de fenêtre monoblocs en béton préfabriqués en usine, spécifie l'exposition du corps d'épreuve à 25 cycles de gel-dégel avec un critère d'acceptation du produit qui est l'absence visuelle de dégradation.

Chaque cycle de gel-dégel est composé de deux séquences :

- gel dans l'air, avec un contrôle de la température d'ambiance de l'enceinte tel que le taux de refroidissement  $\tau = -10^\circ\text{C}/\text{h}$ , la température minimale  $\theta_{\min} = -20 \pm 5^\circ\text{C}$ , et le palier à la température minimale  $t_{\min} = 2 \text{ h} \pm 0,5$ ,
- dégel dans de l'eau maintenue à  $20^\circ\text{C}$ .

Cette norme de produit sert de base pour l'attribution de la marque NF-Appuis de fenêtres en béton.

La Figure 1.66 présente les caractéristiques d'essais de gel-dégel de normes applicables en France sur les bétons. Cette liste n'est pas exhaustive, et les combinaisons méthodes/paramètres sont nombreuses. Pour des conditions d'expositions *in situ* identiques en France, les normes d'essais devraient prendre en compte des paramètres d'exposition communs ou à défauts équivalents. Or, ces essais sont développés par des secteurs d'activité économiques séparés, et les communautés scientifiques et technico-réglementaires ne se positionnent pas de manière harmonisée face au sujet du gel-dégel (pris en compte des conditions d'exposition et définitions des phénomènes).

Cette différence de caractérisation existe également avec d'autres géomatériaux. Les spécifications usuelles des granulats entrant dans la composition des bétons sont précisées dans l'Annexe 1. La résistance au gel-dégel des granulats est évaluée selon NF EN 1367-1 avec ou sans sel et 10 cycles de gel-dégel de 24 h pour des températures de  $-15^\circ\text{C}$  à  $+10^\circ\text{C}$ . La condition de résistance à cet essai ne garantit pas une bonne tenue lors des essais performantiels d'écaillage.



Norme	Corps d'épreuve		Cycles de gel-dégel										Evaluation
			Cycle			Refroidissement			Rechauffement			Saturation	
			Nbre	Durée /cycle	Contrôle température	Taux/durée	Pallier	Saturation	Taux/durée	Pallier	Saturation		
NF P18 424 Gel dans l'eau dégel dans l'eau	Type Dimension (cm)	Exposition	300	4-6h	cœur éprouvette	$\tau_c = -6^\circ\text{C}$ à $-13,5^\circ\text{C/h}$	$\theta_{\min} = -18^\circ\text{C}$ , $t > 0,5\text{h}$	eau	$t > 45\text{ min}$	$\theta_{\max} = +9^\circ\text{C}$ , $t > 0,5\text{h}$	eau	$(f_{300}/f_0)^2, \Delta L/L, (\Delta m)$	
NF P18 425 Gel gel dans l'air dégel dans	3 Prismes 10x10x40	immersé	300	4-6h	cœur éprouvette	$\tau_c = -6^\circ\text{C/h}$ à $-13,5^\circ\text{C/h}$	$\theta_{\min} = -18^\circ\text{C}$ , $t > 0,5\text{h}$	air	$t > 45\text{ min}$	$\theta_{\max} = +9^\circ\text{C}$ , $t > 0,5\text{h}$	eau	$(f_{300}/f_0)^2, \Delta L/L, (\Delta m)$	
XP P18-420 Essai d'écaillage <sup>(1)</sup>	4 cubes 15x15x7,5	surface coffrée	56	24h	interface béton/solution	$\tau_c = -4^\circ\text{C/h}$	$\theta_{\min} = -18^\circ\text{C}$ , $t = 4\text{h}$	eau + 3% NaCl	$\tau = -8^\circ\text{C/h}$	$\theta_{\max} = +20^\circ\text{C}$	eau + 3% NaCl	masse écaillée (g/m <sup>2</sup> )	
NF EN 1338-2 <sup>(2)</sup> / <sup>(4)</sup> NF EN 1339 <sup>(3)</sup> / <sup>(4)</sup>	4 cubes	surface	28	24h	interface béton/solution	$\tau = -5,75^\circ\text{C/h}$ $t = 3\text{h}$ $\tau = -2,625^\circ\text{C/h}$ $t = 8\text{h}$	$\theta_{\min} = -18^\circ\text{C}$ , $t = 4\text{h}$	eau + 3% NaCl	$\tau = +6,33^\circ\text{C/h}$ $t = 6\text{h}$	$\theta_{\max} = +20^\circ\text{C}$	eau + 3% NaCl	masse écaillée (g/m <sup>2</sup> )	
NF EN 13877-2 <sup>(5)</sup> / <sup>(6)</sup>	4 cubes 15x15x7,5	surface sciée	56	24h	interface béton/solution	$\tau = -^\circ\text{C/h}$	$\theta_{\min} = -18^\circ\text{C}$ , $t = 4\text{h}$	eau + 3% NaCl	$\tau = +^\circ\text{C/h}$	$\theta_{\max} = +20^\circ\text{C}$	eau + 3% NaCl	masse écaillée (g/m <sup>2</sup> )	
NF EN 13687-1 <sup>(7)</sup> (alternance de 2 bains saturé en NaCl -15°C eau +21°)	3 dalles : 1 réf. 2 essais	surface	20 ou 50	4h	bains		$\theta_{\min} = -15^\circ\text{C}$ , $t = 2\text{h}$	bain saturée en NaCl		$\theta_{\max} = +21^\circ\text{C}$ , $t = 2\text{h}$	bain eau	visuel, essai d'arrachement	
NF EN 13687-3 <sup>(8)</sup> (alternance gel -15°C séchage +60°C)	3 dalles : 1 réf. 2 essais	surface	20	24h	ambiance (air ou eau)		$\theta_{\text{moy}} = +20^\circ\text{C}$ , $t = 2\text{h}$ $\theta_{\min} = -15^\circ\text{C}$ , $t = 2\text{h}$	eau		$\theta_{\text{moy}} = +20^\circ\text{C}$ , $t = 2\text{h}$ $\theta_{\max} = +60^\circ\text{C}$ , $t = 16\text{h}$	eau +20°C air +60°C	visuel, essai d'arrachement	
NF EN 13581 <sup>(9)</sup>	8 cubes 10x10x10 4 réf. 4 essais	immersé	50	24h	cœur éprouvette	$\tau = -10^\circ\text{C/h}$ $t = 2\text{h}$ $\tau = -1,5^\circ\text{C/h}$ $t = 10\text{h}$	$\theta_{\text{moy}} = 0^\circ\text{C}$ , $t = 2\text{h}$ $\theta_{\min} = -15^\circ\text{C}$ , $t = 2\text{h}$	eau + 3% NaCl		$\theta_{\max} = +20^\circ\text{C}$ , $t = 8\text{h}$	eau + 3% NaCl	perte relative de masse	

<sup>(1)</sup> Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton. Méthodes d'essai - Détermination de la compatibilité thermique

Partie 1 - Cycles de gel-dégel avec immersion dans des sels de déverglaçage

<sup>(2)</sup> Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton. Méthodes d'essai - Détermination de la compatibilité thermique

Partie 3 - Cycles thermiques sans immersion dans des sels de déverglaçage

<sup>(3)</sup> Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton. Méthodes d'essai - Détermination de la perte de masse après la méthode d'essai de gel-dégel d'un béton hydrofuge

<sup>(4)</sup> Essai d'écaillage des surfaces de béton durci exposées au gel en présence d'une solution saline

<sup>(5)</sup> Dalles en Béton - Prescription et méthodes d'essai

<sup>(6)</sup> Dalles en béton - prescription et méthodes d'essais

<sup>(7)</sup> Essai similaire au slab test du prEN/CEN TS 12390-9 mais avec 28 cycles

<sup>(8)</sup> Chaussées en béton - Partie 2 : Exigences fonctionnelles pour les chaussées en béton

<sup>(9)</sup> Essai renvoyant au prEN/CEN TS 12390-9 (sans préciser la méthode d'essai)

Figure 1.66 Cycles de gel-dégel appliqués dans les normes d'essai Françaises (liste non exhaustive)

## 1.5 EXPOSITION DES OUVRAGES ET SPECIFICATION DES BETONS

### 1.5.1 DEFINITION DES CLASSES D'EXPOSITION

La durabilité des bétons durcis exposés au gel-dégel en présence ou non de sels de déverglaçage est fonction de l'implantation géographique de l'ouvrage. Le gel et les sels de déverglaçage sont d'autant plus agressifs pour un ouvrage en béton qu'il est saturé en eau. La classe d'exposition d'un ouvrage se définit en considérant trois éléments de son environnement : la température, l'intensité de salage, et la présence d'eau.

L'Annexe 1 présente de manière plus précise l'utilisation des documents de référence permettant de définir la classe d'exposition d'un béton. L'exposition au gel-dégel avec ou sans agent de déverglaçage se traduit par une classe d'exposition de XF1 à XF4 en fonction des températures, de l'intensité de salage et du niveau de saturation en eau de la partie d'ouvrage considérée. Le tableau de la Figure 1.67 est une synthèse du choix des classes d'exposition ne prenant pas en compte le niveau de saturation en eau.

Salage	Type de gel		
	Faible	Modéré	Sévère
Absence ou peu fréquent	XF1	XF1	XF3
Fréquent ou très fréquent	XF2	XD3 + XF2 <sup>(a)</sup>	XF4

<sup>(a)</sup> à l'exception des chaussées et des éléments d'ouvrages d'art très exposés qui seront classés en XF4

Figure 1.67 Classes d'exposition d'un béton en fonction de son environnement

### 1.5.2 LES ESSAIS A REALISER SUR UN BETON EXPOSE AU GEL

Le détail des spécifications sur le béton à réaliser en fonction de la classe d'exposition est donnée en Annexe 1.

De manière générale, l'obtention d'un  $L_{\text{barre}}$  spécifié permet de valider un béton exposé à un environnement de type XF3. L'essai associé à l'évaluation du  $L_{\text{barre}}$  permet d'obtenir un résultat 7 jours après fabrication du béton. Les essais performantiels de résistance au gel (NF P 18-424 et NF P 18-425) sont plus longs (3,5 mois depuis la fabrication du béton) et plus coûteux. En pratique, ils ne sont réalisés que pour la recherche ou lors de l'emploi de bétons spécifiques.

Un béton exposé à un environnement de type XF4 doit-être résistant au gel en présence de sels. Le  $L_{\text{barre}}$  permet de valider sa résistance au gel interne mais la présence de sels implique la réalisation de l'essai performantiel d'écaillage qui est long (3 mois) et plus coûteux.

	Béton G (XF3)	G+S (XF4)
Épreuve d'étude et de convenance	$L_{\text{barre}} \leq 250 \mu\text{m}$	$L_{\text{barre}} \leq 200 \mu\text{m}$ $M \leq 600 \text{ g/m}^2$
Épreuve de contrôle	$L_{\text{barre}} \leq 300 \mu\text{m}$	$L_{\text{barre}} \leq 250 \mu\text{m}$ $M \leq 750 \text{ g/m}^2$

*M étant la quantité de masse écaillée par mètre carré selon la norme XP P 18-420*

Figure 1.68 Essais généralement réalisés sur les bétons traditionnels de 35 à 60 MPa pour assurer la résistance au gel (G) ou gel en présence de sels (G+S) en fonction de la classe d'exposition (XF3 ou XF4)

Un tableau de synthèse sur les essais généralement pratiqués sur les bétons traditionnels d'une résistance de 35 à 60MPa selon [Recommandations gel, 2003], hors spécifications prescriptives sur la formule de béton (rapport E/C, ciment, et granulat), est présenté dans la Figure 1.68.

Les spécifications relatives à la production d'un béton résistant au gel interne et à l'écaillage sont abordées de manière hybride. Une première partie des spécifications est formulée de manière prescriptive par des contraintes sur les constituants et la formule du béton. Une deuxième partie des spécifications est abordée de manière performantielle (validation de résultats d'essais d'écaillage et de gel interne suivant le cas). Cette approche hybride sur les spécifications des bétons rend complexe l'emploi de nouveaux matériaux ou de nouvelles techniques. D'une part, la partie prescriptive reste fortement encadrée pour se positionner dans le cas général le plus simple de la Figure 1.68, d'autre part lorsque l'on se positionne dans une partie prescriptive plus permissive, la partie performantielle nécessite une étude complète du  $L_{crit}$  (voir section 1.3.1.2) pour laquelle de nombreux essais performantiels sont à réaliser durant la phase d'étude. Ceci est long et très coûteux.

## 1.6 SYNTHÈSE SUR LA PHÉNOMÉNOLOGIE DE L'EXPOSITION DES BÉTONS AUX CYCLES DE GEL-DEGEL AVEC OU SANS SELS

La communauté scientifique scinde généralement les pathologies du béton liées à l'exposition à des cycles de gel-dégel en deux : le gel interne et l'écaillage. Pour ces deux types de détérioration, les études paramétriques expérimentales ont permis d'apporter des préconisations améliorant la résistance aux cycles de gel-dégel en présence ou non de sels sur les bétons traditionnels. Ainsi, les principales propriétés du matériau identifiées comme influentes sur la résistance au gel interne sont la résistance mécanique, la quantité d'eau gelable, et le réseau de bulles d'air contenu dans la pâte cimentaire. Ces éléments se traduisent par des spécifications sur les constituants et la formulation des bétons : type de ciment et quantité, rapport eau/ciment, emploi d'adjuvant entraîneur d'air.

De manière générale, la présence de sels est considérée comme un facteur aggravant la situation d'exposition au gel. Pour l'écaillage, les résultats d'essais en laboratoire indiquent un « effet pessimum » qui se traduit par une dégradation maximale pour un béton exposé à une solution contenant de 2 à 5% de NaCl (en masse). Cela explique l'emploi de solution contenant 3% de NaCl dans les essais normalisés d'écaillage.

Les conditions d'exposition lors de la réalisation des essais normalisés français sont scindées entre la caractérisation du gel interne (dans l'eau ou dans l'air, taux de refroidissement élevé) et à l'écaillage (solution contenant 3% de sels, taux de refroidissement faible).

La prise en compte opérationnelle de ces éléments techniques pour assurer la durabilité d'un béton exposé à des conditions hivernales rigoureuses se traduit par la vérification de la résistance au gel interne dans un premier temps, puis à l'écaillage. Pour la résistance au gel interne, le béton doit respecter des spécifications prescriptives et un seuil sur la mesure du facteur d'espacement. En fonction de l'exposition (saturation en eau et présence de fondants), le béton doit être résistant au gel interne avec des prescriptions plus sévères et résistant à l'essai performantiel d'écaillage. On constate donc une inclusion, en terme de spécifications, du gel interne dans l'écaillage.

L'évaluation du facteur d'espacement se réalise depuis plus de 20 ans avec une méthode manuelle de comptage par points selon une norme américaine. La détermination de cette mesure par analyse d'image a été introduite par la norme européenne NF EN 480-11 en 2006. Elle reste délicate à utiliser en particulier par un manque de comparaison avec la référence actuelle (comptage manuel par point) sur une gamme suffisamment étendue de bétons traditionnels et par la nécessaire introduction de la surface de pâte pour finaliser le calcul du facteur d'espacement.

Cependant, les indicateurs comme le facteur d'espacement et les paramètres permettant d'améliorer la résistance au gel interne, ne fonctionnent pas de manière systématique et généralisée pour l'écaillage. De plus, il n'existe pas de modèle prédictif pour la dégradation d'un béton au gel interne ou à l'écaillage concordant avec une gamme étendue de résultats expérimentaux.

Cela pose deux problèmes pour la fourniture d'un béton exposé à des cycles de gel-dégel en présence de sels :

- la nécessaire réalisation de l'essai performantiel d'écaillage, qui est une forte contrainte en raison de la durée de réalisation de l'essai (3 mois), mais qui reste incontournable en l'absence d'un indicateur de durabilité (comme le facteur d'espacement pour la résistance au gel),
- lorsqu'un béton présente un  $L_{\text{barre}} < 200 \mu\text{m}$  et un résultats d'écaillage supérieur à  $600 \text{ g/m}^2$ , les propositions de modification permettant d'améliorer la tenue à l'écaillage d'un béton déjà résistant au gel interne sont délicates à formuler, au résultat incertain, et soumises à un nouvel essai performantiel de 3 mois pour validation.

Malgré ces difficultés, la qualité des bétons résistants aux ambiances hivernales en France s'est fortement améliorée avec la mise en place de cette approche.

La fourniture de béton résistant au gel n'est pas structurée de manière identique dans tous les pays européens. Au niveau européen, on constate plutôt une approche globalisée de l'exposition au gel-dégel en présence de sels et l'absence de scission sur la caractérisation de la résistance au gel interne et à l'écaillage contrairement à l'approche appliquée en France (ou dans les pays Nord américains). Les essais en laboratoire ne sont pas nécessairement scindés (Europe du Nord en particulier) en combinant parfois des mesures de gel interne et d'écaillage avec différentes situations d'exposition (avec ou sans sels, corps d'épreuve immergés ou exposés en surface, etc.). La pratique impose de manière générale un taux d'air occlus minimal de 4% dans le béton frais, et en fonction des règlements nationaux et des conditions d'exposition, un essai performantiel de résistance au gel en présence de sels.

Ce constat explique d'une part la co-existence de différentes méthodes d'essais dans les normes européennes sur la résistance au gel des bétons en présence ou non de sels : 3 méthodes d'essais possibles pour caractériser le gel interne et autant pour l'écaillage.

La comparaison et la généralisation d'études paramétriques sur la résistance à l'écaillage posent la difficulté de devoir analyser les diverses conditions d'exposition lors de la réalisation des essais et la gamme de bétons étudiés. Mais une problématique supplémentaire est à prendre en compte avec la faible reproductibilité des essais performantiels d'écaillage. Les informations issues de la bibliographie ne sont pas toujours cohérentes et peuvent même apporter des résultats contradictoires. Le pré-conditionnement des échantillons et en particulier la phase de séchage à 65% d'humidité relative est un sujet d'étude et d'amélioration constante. Ainsi, lors de la réalisation d'un essai d'écaillage français, le corps d'épreuve se trouve dans un degré de saturation en eau incertain et présente potentiellement des déséquilibres hydriques depuis la surface jusqu'au cœur de l'échantillon.

Enfin, la part d'influence directe, pourtant indiscutable, de la solution en surface a été négligée dans tous les mécanismes de détérioration par écaillage jusqu'à la théorie du glue spalling [Valenza & Scherer, 2007-2]. Mais de nombreuses questions sur la formation de la glace du système NaCl-H<sub>2</sub>O à la surface du béton mériteraient des études plus approfondies :

- l'étape de nucléation et de formation de première couche de glace. La surfusion joue un rôle majeur lors de cette première étape de formation de la glace,
- le mécanisme du front de solidification de la glace qui emprisonne une quantité plus ou moins importante de phase liquide (contenant des sels),
- le rejet d'une partie plus ou moins importante du soluté en dehors de la fraction solide et le positionnement de cette phase liquide à l'interface qui peut encore subir une expansion lors de l'abaissement de la température.

D'autres géomatériaux, comme les roches calcaires, présentent d'importantes analogies avec le comportement des bétons lors de l'exposition au gel-dégel en présence de sels. L'observation précise des gélifractions obtenus permet d'identifier différents mécanismes de détérioration.

Une amélioration de la compréhension de ces deux phénomènes semble incontournable pour progresser dans la modélisation des mécanismes de détérioration.



# Chapitre 2

## ÉTUDE EXPERIMENTALE

### SOMMAIRE

<b>Introduction générale</b>	<b>13</b>
<b>Chapitre 1 Phénoménologie du gel des bétons : revue bibliographique</b>	<b>17</b>
<b>Chapitre 2 Étude expérimentale</b>	<b>71</b>
<b>2.1 Présentation de la partie expérimentale</b>	<b>73</b>
<b>2.2 Caractérisation de la résistance au gel interne par analyse d'image</b>	<b>77</b>
2.2.1 Introduction	77
2.2.2 Méthode d'évaluation de la surface de pâte	78
2.2.3 Méthode de détection du réseau de bulles d'air	83
2.2.4 Calcul du facteur d'espacement selon la norme NF EN 480-11	86
2.2.5 Comparaison des méthodes d'évaluation du facteur d'espacement	88
<b>2.3 Campagnes expérimentales sur béton selon l'essai normalisé d'écaillage</b>	<b>92</b>
2.3.1 Objectifs des campagnes expérimentales	92
2.3.2 Fabrication et caractérisation de 3 formules de béton	94
2.3.3 Répétabilité de l'essai normalisé d'écaillage	103
2.3.4 Résultats d'écaillage sur béton exposé à des solutions contenant différentes concentrations de NaCl	109
2.3.5 Pénétration des ions chlorure au cours de l'essai d'écaillage	113
2.3.6 Identification du changement de phase de la solution de surface	117
2.3.7 Synthèse des résultats des essais sur béton	122
2.3.8 Essais complémentaires sur mortier et coulis de ciment	124
<b>2.4 Gel interne et écaillage sur mortier et coulis immergés</b>	<b>128</b>
2.4.1 Présentation générale de la campagne expérimentale	128
2.4.2 Résultats d'essais sur cubes avec une exposition de surface	137
2.4.3 Résultats d'essais sur prismes partiellement immergés	139
2.4.4 Synthèse des résultats de gel interne et écaillage sur coulis et mortier	154
<b>Chapitre 3 Analyse des résultats</b>	<b>157</b>
<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>207</b>
<b>Références bibliographiques</b>	<b>211</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>217</b>
<b>Annexes</b>	<b>225</b>





## 2.1 PRESENTATION DE LA PARTIE EXPERIMENTALE

Les guides techniques et la réglementation actuelle imposent des prescriptions sur la formulation et la réalisation d'essais pour valider la résistance au gel-dégel d'un béton traditionnel. Les deux essais majeurs pour caractériser la résistance au gel-dégel en présence de sels du béton sont (voir section 1.5.2) :

- le facteur d'espacement ( $L_{\text{barre}}$ ) selon la norme ASTM C457 (comptage par points par opérateur manuel), qui évalue la distance moyenne que la phase liquide présente dans la pâte cimentaire doit parcourir afin d'atteindre une bulle d'air. Un facteur d'espacement faible (voir seuils dans la Figure 1.67) est une condition suffisante pour s'assurer de la résistance au gel interne des bétons traditionnels,
- l'essai d'écaillage selon la norme XP P 18-420, qui est un essai performantiel caractérisant la perte de masse en surface d'un béton traditionnel exposé à 56 cycles de gel-dégel en présence d'une solution contenant 3% de NaCl.

Les travaux expérimentaux sont réalisés sur ces deux essais. La section 2.2 traite de l'évaluation du facteur d'espacement. L'objectif est d'établir et de valider l'emploi d'une méthode autonome de caractérisation du réseau de bulles d'air par analyse d'image.

Dans la section 2.3, on envisage de mieux cerner les caractéristiques des résultats de l'essai d'écaillage normalisé XP P 18-420 à l'aide de corps d'épreuve en béton. Lors de la réalisation de cet essai, la difficulté de la maîtrise et du niveau de connaissance limité des propriétés et de l'état du matériau constituant le corps d'épreuve, rendent difficile l'analyse du résultat de la perte de masse en surface.

Dans la section 2.4, on envisage d'améliorer la connaissance du fonctionnement de l'écaillage de surface en utilisant une approche globale (gel interne et écaillage) de caractérisation de différents matériaux au cours des cycles de gel-dégel.

Les objectifs détaillés des travaux réalisés dans ces trois sections sont présentés ci-après.

On présente en section 1.4.2.2 la problématique de la coexistence de deux méthodes d'évaluation du facteur d'espacement  $L_{\text{barre}}$  :

- comptage manuel selon la norme ASTM C457,
- analyse d'image selon la norme NF EN 480-11.

La seconde de ces méthodes apparaît comme la méthode d'avenir puisqu'elle est la norme européenne harmonisée applicable en France. Cependant, la première méthode, encore mentionnée en référence dans les différents guides et normes françaises, est une norme américaine qui fait référence depuis plus de 20 ans en France.

La méthode par analyse d'image selon la norme NF EN 480-11 implique des compétences pour l'emploi de matériels et de techniques spécifiques. Le moyen d'identification du réseau de bulles d'air par analyse d'image repose sur des choix de techniques libres dans la norme, les spécifications étant requises en terme de résultat. Par ailleurs, cette méthode n'est pas autonome car elle nécessite l'apport de la valeur de la surface de pâte en donnée d'entrée pour finaliser le calcul du facteur d'espacement.

Il apparaît cependant délicat aujourd'hui de valider le respect de l'atteinte de ces résultats autrement que par la réalisation d'une campagne d'essais comparative avec la méthode manuelle.

Une méthode intégrée et globale d'évaluation du facteur d'espacement par analyse d'image a été développée et elle est présentée dans la section 2.2. Afin de rendre l'évaluation du  $L_{\text{barre}}$  par analyse d'image autonome, une méthode de détermination de la surface de pâte contenue dans un béton par analyse d'image a été mise au point dans la section 2.2.2. L'identification du réseau de bulles d'air par analyse d'image a été réalisée selon la méthode d'interception des lignes de cordes. La méthode de détection du réseau de bulles est abordée dans la section 2.2.3. Une fois le réseau de bulles d'air identifié et la surface de pâte déterminée, la norme NF EN 480-11 permet de finaliser le calcul du  $L_{\text{barre}}$  selon le modèle de Powers (voir section 1.4.2.2). Cette étape est détaillée dans la section 2.2.4.

Afin de valider les résultats obtenus avec les programmes utilisant l'analyse d'image et le calcul selon la norme NF EN 480-11, une comparaison avec la méthode par comptage manuel est réalisée entre les différents résultats de mesures : la surface de pâte, le nombre de bulles d'air et la quantité d'air. Les valeurs de  $L_{\text{barre}}$  obtenues par les deux méthodes sont également comparées.

Pour analyser les écarts de résultats de mesure du  $L_{\text{barre}}$  par analyse d'image et par comptage par points par opérateur manuel, les comparaisons présentées dans la section 2.2.5 sont effectuées sur 22 corps d'épreuve.

On présente dans la section 1.4.3.2 les trois méthodes d'essais du texte européen prEN/CEN TS 12390-9 correspondant à l'essai d'écaillage. La norme française XP P 18-420 devrait donc à terme être remplacé par le prEN/CEN TS 12390-9 lorsqu'il sera homologué et harmonisé. La méthode de référence de ce texte, le slab-test, est similaire à l'essais français à l'exception de la surface testée (sciée pour le slab-test, coffrée pour la norme XP P 18-420).

Actuellement, les guides techniques et règlements applicables en France font référence à l'essai d'écaillage selon la norme XP P 18-420. Cependant, son défaut de représentativité n'a pas permis d'homologuer cette norme qui existe sous une forme expérimentale depuis sa création. De plus, cet essai caractérise les conditions d'exposition les plus sévères et il n'existe pas d'essai pour qualifier un béton dans des conditions d'exposition modérées.

Par ailleurs, lors de la réalisation de l'essai d'écaillage pour valider la formule d'un béton, si la quantité de perte de masse par écaillage est légèrement supérieure au résultat attendu bien que le  $L_{\text{barre}}$  soit inférieur au seuil établi (suivant la phase d'étude), on ne dispose d'aucun élément technique pour modifier la formule afin d'améliorer ce résultat. Ce qui traduit le fait que les paramètres matériaux majeurs d'influence du mécanisme d'écaillage n'ont toujours pas été identifiés.

Les trois problématiques présentées ci-dessus, rendent nécessaire l'amélioration de la connaissance du fonctionnement de cet essai. Pour cela, on présente dans la section 2.3, 3 campagnes expérimentales, réalisées dans les conditions de l'essai XP P 18-420, pour trois bétons faiblement résistants ou très résistants à l'écaillage. L'objectif initial était de cerner les paramètres majeurs influençant la détérioration par perte de masse en surface lors de la réalisation de cet essai. Trois thèmes ont orienté les objectifs de ces campagnes d'essais :

- le constat d'un défaut sur la reproductibilité et la répétabilité de l'essai d'écaillage (voir section 1.4.3.2 et Annexe 7) impose d'appréhender la représentativité du résultat d'essai, en particulier lors de comparaison de résistance à l'écaillage de différentes formules ou de conditions d'exposition,
- la présence de NaCl dans la solution de surface et son influence directe sur la perte de masse en surface avec un effet pessimum présenté en section 1.3.2.2, il apparaît nécessaire de qualifier la répétabilité à différentes concentrations de NaCl afin de vérifier l'effet pessimum en fonction de la représentativité du résultat d'essai,
- la pénétration du NaCl dans le béton lors du déroulement de l'essai dont l'influence sur le résultat d'essai est perçue de manière contradictoire selon les auteurs (voir section 1.3.2.3).

Les résultats obtenus avec ces 3 campagnes expérimentales, complétés par des essais complémentaires sur mortiers et coulis sous le même format d'exposition (essais similaires à l'essai normalisé XP P 18-420), montrent la limite de la représentativité des résultats obtenus. Parmi les paramètres potentiellement influents sur cette représentativité, l'évolution des propriétés du corps d'épreuve en fonction du nombre de cycles appliqués, et en particulier la perméabilité est à prendre en compte.

Une analyse partielle des résultats de la section 2.3 à permis de cibler plus précisément les objectifs de la campagne expérimentale présentée en section 2.4. Par ailleurs, on relève dans les sections 1.3 et 1.4 que certains paramètres d'exposition (comme le cycle de gel-dégel) ou des paramètres matériau (comme la présence d'un réseau de bulle d'air entraîné) n'induisent pas systématiquement une évolution similaire pour la détérioration par un essai de gel interne ou un essai d'écaillage. Pour qualifier la détérioration dans son ensemble et pas seulement la perte de masse, des mesures de fréquence de résonance et de gonflement du matériau sont réalisées sur les corps d'épreuve en forme de prisme au cours de l'exposition aux cycles de gel-dégel.

La campagne expérimentale dont les résultats sont présentés en section 2.4 est donc basée sur une approche globale par essais performantiels de la résistance d'un matériau au gel-dégel en présence ou non de NaCl. Elle repose sur l'étude comparative de résultats d'essais en faisant varier un minimum de paramètres issus des conditions d'exposition ou du matériau testé. L'objectif principal est d'identifier un ou plusieurs paramètres de grande influence sur la détérioration du matériau lors de son exposition à des cycles de gel-dégel en présence ou non de NaCl.

Les deux principaux modes d'exposition employés durant cette campagne sont l'application d'une lame de solution à la surface du corps d'épreuve ou une immersion dans la solution.

Les corps d'épreuve sont constitués de mortier et de coulis de ciment pour limiter les hétérogénéités du matériau liées à la présence des gros granulats ainsi que les risques de sensibilité au gel de ces constituants. Le sable utilisé pour les mortiers est un sable CEN dont la sensibilité au gel a été évaluée en section 2.3.2.3.4. Des coulis contenant des micro-billes plastiques creuses sont également testés afin d'évaluer l'influence de cet ajout qui peut être considéré comme une inclusion dans la pâte cimentaire (influence identique à la fraction de faible diamètre d'un sable) ou comme une bulle d'air (rôle de vase d'expansion lors de pressions hydrauliques). Les essais complémentaires préalablement réalisés et présentés dans la section 2.3.8, indiquent que les coulis, malgré l'emploi d'adjuvant entraîneur d'air dans la fabrication, subissent une macro-fracturation dans la masse du corps d'épreuve au bout de quelques cycles d'exposition qui n'est pas représentative de la détérioration des mortiers ou des bétons. Aussi, l'objectif poursuivit dans la section 2.4 est non seulement basé sur une approche globale de la dégradation (gel interne et écaillage) mais également sur la caractérisation phénoménologique des modes de détérioration.

## 2.2 CARACTERISATION DE LA RESISTANCE AU GEL INTERNE PAR ANALYSE D'IMAGE

### 2.2.1 INTRODUCTION

Cette partie présente le résultat du développement de deux algorithmes basés sur des techniques d'analyse d'image qui permettent à partir de l'acquisition d'une surface de béton polie d'évaluer la surface de pâte et d'identifier le réseau de bulles d'air.

La norme NF EN 480-11 propose de réaliser le calcul du  $L_{\text{barre}}$  à partir d'une détection du réseau de bulles d'air par analyse d'image et avec l'introduction d'une surface de pâte théorique calculée à l'aide de la formule de fabrication du béton. L'introduction de cette surface de pâte théorique est à déconseiller. La quantité de pâte cimentaire fraîche théorique est surestimée par rapport à la quantité de pâte présente à la surface du corps d'épreuve de béton durci. En effet, la répartition des granulats est contrainte par un effet de paroi (coffrage lors du prélèvement du béton). Dans l'Annexe 4, on vérifie à partir d'un échantillon de béton la répartition de la quantité de pâte cimentaire et de bulles d'air depuis la surface du corps d'épreuve. De plus, cette valeur théorique moyenne ne prend pas en compte les hétérogénéités liées à la méthode de prélèvement : dimension et géométrie des éprouvettes, mise en place du béton, etc.

Pour introduire dans le calcul du  $L_{\text{barre}}$  une surface de pâte correspondant à la surface testée, cette étude propose une évaluation de la surface de pâte avec une méthode automatisée par analyse d'image.

Afin d'obtenir une précision suffisante sur les résultats de mesure, le niveau de qualité de préparation des échantillons et d'acquisition d'image doit être en adéquation (éclairage, résolution, etc.) avec le processus automatisé de traitement par analyse d'image ([Pleau & al., 2001] et [Hanson, 2012]). Les méthodes retenues pour la préparation des plaques (découpe, polissage et passage à l'alumine avec ou sans encre) et les matériels nécessaires pour réaliser les acquisitions aux différents grossissements sont présentés en détail en Annexe 2 et en Annexe 3.

Les essais sont réalisés sur des plaques d'une dimension de 100x100 (en mm) prélevées horizontalement à cœur d'un cube de 150x150 (en mm) ou verticalement dans un cylindre 16x32 (en cm). Un parallélisme correct des faces et une épaisseur constante du corps d'épreuve est obtenue à l'aide d'un gabarit de découpe.

Le polissage est réalisé par rodage à l'aide d'un bras automatique avec l'application successive des abrasifs 120, 400, 600, 1000, 1200 (pour le carbure de silicium), puis de l'alumine de type A en équipant la polisseuse d'un disque textile.

La qualité d'acquisition des images est améliorée par l'utilisation d'un gabarit pour obtenir une distance focale dont la variation n'excède pas 2  $\mu\text{m}$ . Deux acquisitions consécutives sont réalisées avec des niveaux de grossissement différents pour l'évaluation de la surface de pâte et pour la détection du réseau de bulles d'air. Les caractéristiques de ces deux acquisitions sont présentées dans la Figure 2.1.

Pour faciliter la détection du réseau de bulles d'air par analyse d'image, il est nécessaire de combler les bulles d'air par de l'alumine ( $\phi=0,5\text{mm}$ ). Afin d'augmenter le contraste, il est possible d'appliquer au préalable une encre à l'alcool sur la plaque polie (après l'acquisition à faible grossissement pour estimer la surface de pâte).

Une fois ces acquisitions réalisées, l'évaluation de la surface de pâte P et l'identification du réseau de bulles d'air sont réalisées selon les algorithmes décrits dans les deux sections suivantes. Le calcul du  $L_{\text{barre}}$  a été réalisé avec les valeurs issues des deux programmes établis et de la norme NF EN 480-11 pour le calcul final.

Pour s'assurer de la validité des résultats obtenus sur le calcul du facteur d'espacement, une campagne d'essais croisés a été menée entre les outils d'analyse d'image et la méthode manuelle (ASTM C457) qui est actuellement utilisée comme référence pour caractériser le facteur d'espacement des bétons [Recommandations gel, 2003].

	Caractéristiques des acquisitions	
	surface de pâte	réseau de bulles d'air
Éclairage	Annulaire incident	
Grossissement optique	X10	
Grossissement numérique	X2	X10
Type d'image	Intensité en 256 niveaux de gris	
Objets acquis	Surface de 90 mm x 90 mm	14 bandeaux de 0,88 mm x 89,30 mm espacés de 6 mm
Image	19373 pixels x 19373 pixels	14 x 4 x (960 pixels x 24320 pixels)
	Image fractionnée en 9 lors du traitement	Bandeaux fractionnés en 4 lors du traitement

Figure 2.1 Caractéristiques des acquisitions pour l'évaluation de la surface de pâte et la détermination du réseau de bulles d'air

### 2.2.2 METHODE D'ÉVALUATION DE LA SURFACE DE PATE

L'identification directe de la pâte dans une image de béton durci présente certaines difficultés. Les trois outils majeurs utilisés en analyse d'image pour segmenter un objet (forme, couleur et texture) [Nikhil & al., 1993] sont inopérants sur la pâte cimentaire d'un béton. Les raisons principales sont :

- la forme évidée, continue et tortueuse de la pâte,
- les recouvrements de couleur pâte – granulats,
- l'absence de texture clairement identifiable.

L'algorithme développé dans cette étude est composé de deux parties distinctes :

- une segmentation de forme des granulats et des bulles par simple application d'un gradient. Cette segmentation permet d'obtenir de 65 à 80% des granulats et bulles d'air présents. La soustraction à l'image de départ nous fournit une image contenant la pâte avec des résidus de granulats et de bulles d'air.
- une segmentation par seuillage de l'image pâte et résidus qui permet d'identifier la pâte cimentaire.

L'image pâte et résidu contient principalement la pâte dont l'intensité colorimétrique varie autour d'un pic clairement identifiable après suppression de la majorité des granulats et bulles d'air.

Pour appliquer cet algorithme, il faut définir deux critères. Un premier, pour obtenir le contour des objets identifiés par l'opérateur gradient. Un second, afin de choisir les bornes de l'intervalle d'intensité colorimétrique correspondant à la pâte.

### 2.2.2.1 Segmentation de forme de l'image d'acquisition

#### 2.2.2.1.1 Image des dérivées par filtre de lissage optimal

La segmentation de forme est réalisée à l'aide de l'opérateur gradient, comme illustré dans la Figure 2.2. En analyse d'image, la forme la plus simple de cet opérateur correspond à l'application d'un masque de différence finie (première approche de la dérivée). La convolution de l'image par les masques les plus courants de Robert Prewitt ou Sobel (matrice 2x2 ou 3x3) s'est révélée peu efficace. Ces approches sont sensibles au bruit et dépendantes de la taille des objets traités.

Une dérivation par filtrage optimal directionnel de type Canny-Derriche [Bourrennane & al., 1993] a été retenue. Cette méthode applique un filtre impulsif (matrice 5x5) implémenté de manière récursive. Elle permet d'obtenir de très bons résultats avec une durée de traitement d'environ 5 minutes pour les images 19373 pixels x 19373 pixels en 256 niveaux de gris.

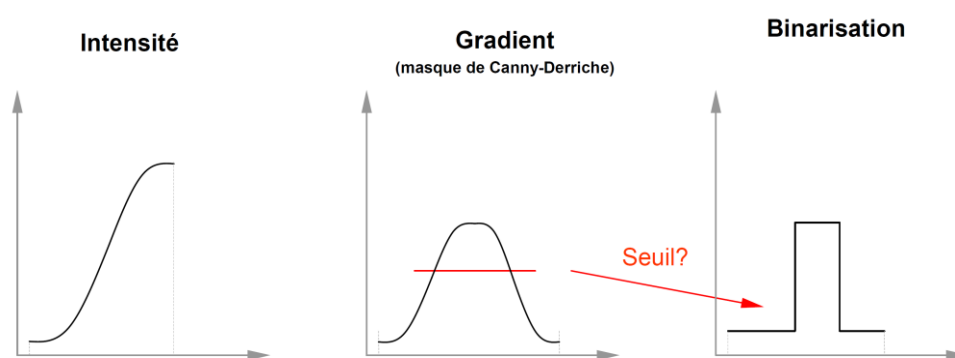


Figure 2.2 Étapes de la segmentation de forme par gradient : image d'intensité, gradient et contour d'objet

#### 2.2.2.1.2 De l'image des dérivées aux contours d'objets

L'opérateur Canny-Derriche permet d'obtenir une image des dérivées mais pas le contour des objets. Un seuillage permet d'obtenir les *extrema* locaux du gradient. Cette valeur de seuillage dépend entre autres de l'intensité (et indirectement de la couleur) des objets à détecter, du fond dans lequel ils sont positionnés et de la qualité du contraste de l'acquisition. Pour les différents bétons testés, cette valeur de seuillage est comprise entre 3 et 7 (valeur minimale normalisée du gradient).

Les images de la Figure 2.3 présentent les objets obtenus après remplissage des contours fermés pour des valeurs de seuillage de 3, 5 et 7.

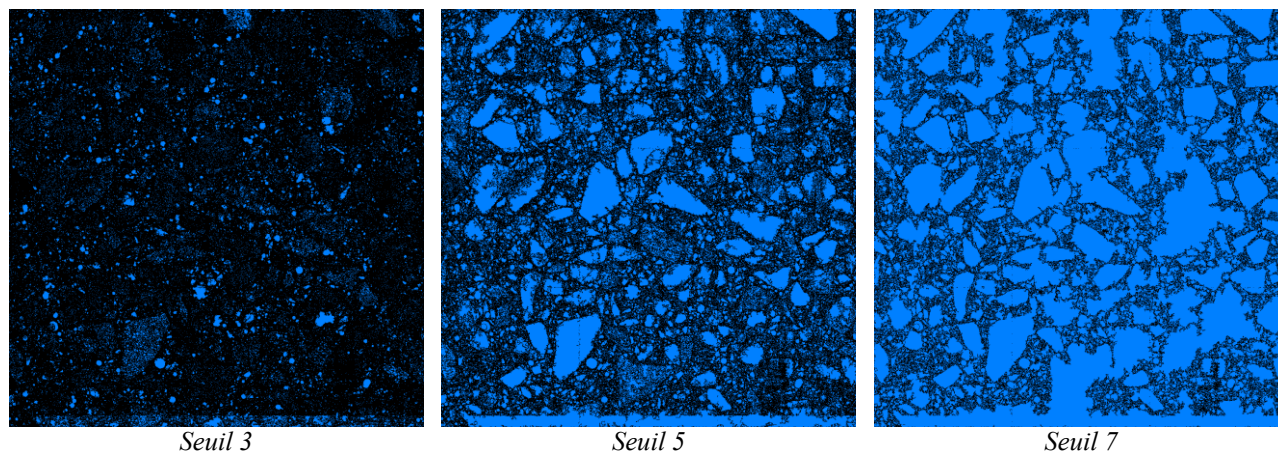
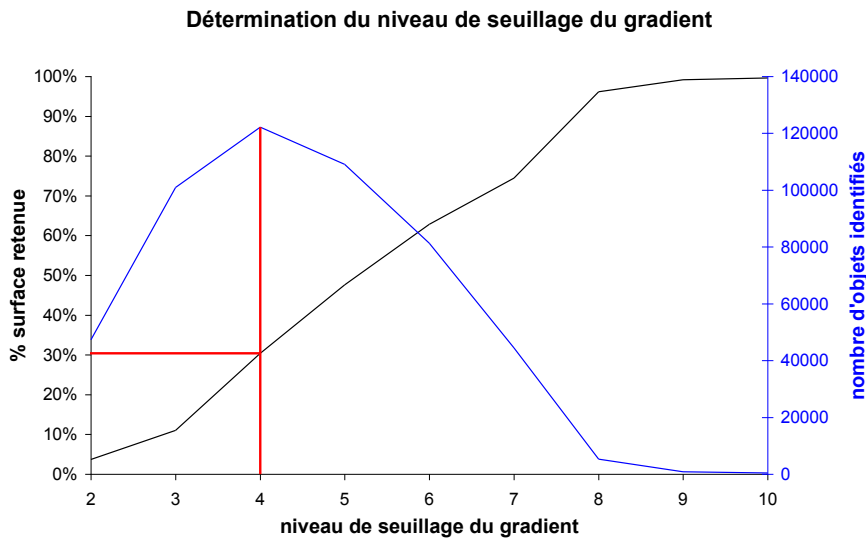


Figure 2.3 Images aux contours d'objets en fonction du niveau de seuillage sur le gradient



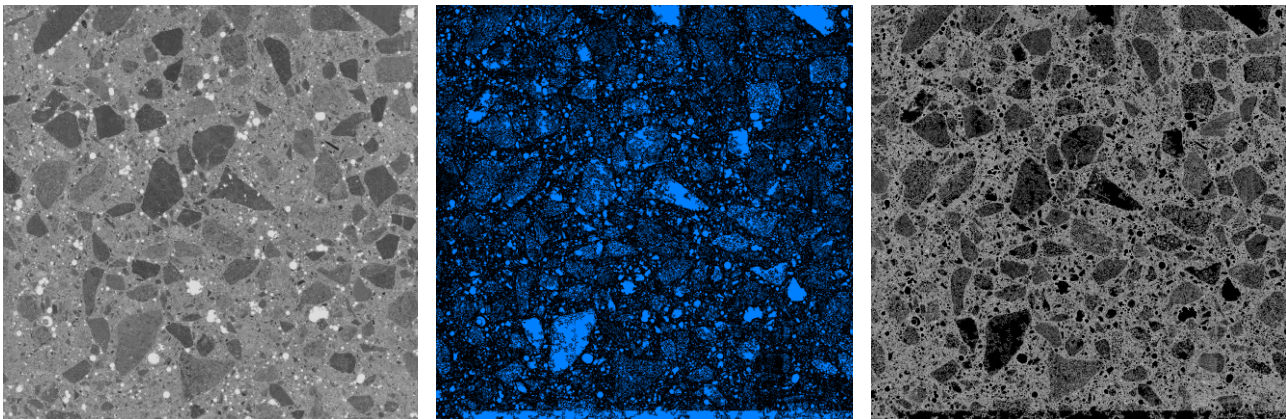
### 2.2.2.1.3 Critère de choix du niveau de seuillage

L'objectif, dans cette première partie de segmentation des granulats est d'identifier puis de supprimer un maximum de granulats et de vides d'air sans éliminer de pâte cimentaire. Pour cela, la méthode de détection des granulats doit être sécuritaire par rapport à la préservation de la pâte dans l'image. Les granulats sont segmentés à partir de l'image obtenue par opérateur gradient. Dans cette image, le nombre d'objets détectés (bulles ou granulats) est fonction du niveau de seuillage tel que présenté dans la Figure 2.4. Cette courbe présente l'identification d'un nombre maximal d'objets pour un seuil de binarisation de 4. Au-delà de cette valeur, les objets s'accolent entre eux ou intègrent une part de pâte cimentaire.



**Figure 2.4** Nombre d'objets détectés et % de surface retenue en fonction du niveau se seuillage

Le nombre maximal d'objets identifiés en fonction du seuil appliqué est un critère adapté pour réaliser le compromis de détection d'un maximum de granulats exempts de pâte cimentaire. Dans le cas étudié (résultats numériques dans la Figure 2.4, illustration dans la Figure 2.5), les objets retenus représentent moins de 31% de la surface pour un seuil de 4.



*Image acquise (x20)*

*Image aux contours d'objets  
(seuil 4 sur l'image gradient)*

*Image pâte avec résidus*

**Figure 2.5** Segmentation de forme de l'image acquise et image contenant pâte et résidus par suppression des granulats segmentés

### 2.2.2.2 Définition d'un intervalle de seuillage de la pâte

La partie précédente nous a permis d'obtenir une image contenant la pâte et des résidus de granulats et de bulles d'air. L'histogramme qui en résulte présente une première zone d'intensité correspondant aux résidus, une partie centrée sur le pic d'intensité correspondant à la pâte et une dernière zone correspondant aux granulats très clairs et aux bulles d'air restantes. Afin de pouvoir appliquer les traitements sans ambiguïté sur cet histogramme, une moyenne mobile de 5 points est appliquée sur la courbe.

La pâte cimentaire présente une colorimétrie faiblement étalée et dont l'intensité est centrée autour d'un pic. Dans l'exemple, ce pic se situe à une valeur d'intensité de 144 pour  $4,8 \cdot 10^6$  pixels. Il faut donc rechercher les bornes de l'intervalle d'intensité représentant la pâte. Pour cela, on définit un niveau de coupure, relatif à la valeur du pic, compris entre 0 et 1. La Figure 2.7 représente le cas d'une coupure à 0,75 de la valeur du pic (soit  $3,6 \cdot 10^6$  pixels) ce qui permet de définir les bornes de l'intervalle d'intensité correspondant à la pâte qui est dans ce cas égal à [129,151].

Lors de la fabrication du béton, la pâte cimentaire est le fluide comblant les vides entre les granulats. Elle présente une continuité entre les arrangements granulaires. La pâte est donc représentée par un seul objet rempli de vides lorsque l'on a retiré les granulats et les bulles d'air. Une labellisation de l'image obtenue (cf. Figure 2.6), après application d'un coefficient de coupure sur l'histogramme, nous permet d'obtenir de nombreux paramètres dont le nombre d'objets composant cette image, la surface et le nombre de vides contenus dans chaque objet.

Le paramètre permettant d'identifier la pâte dans l'image obtenue après segmentation de forme est le nombre de vides dans l'objet le plus important en surface. Seul l'objet continu contenant des vides représente la pâte cimentaire.

La Figure 2.8 représente le nombre de vides dans l'objet de plus grande surface en fonction du coefficient de coupure. Ce nombre est croissant jusqu'à une coupure de 0,75. Cette croissance correspond à la suppression de granulats et de bulles d'air.

Au-delà d'une coupure de 0,75, la surface du plus gros objet diminue en raison d'un fractionnement de la pâte cimentaire. On constate donc l'augmentation du nombre d'objets représentant la pâte dans l'image par perte de continuité. Cela se traduit par un effondrement du nombre de vides contenus dans le plus gros objet.

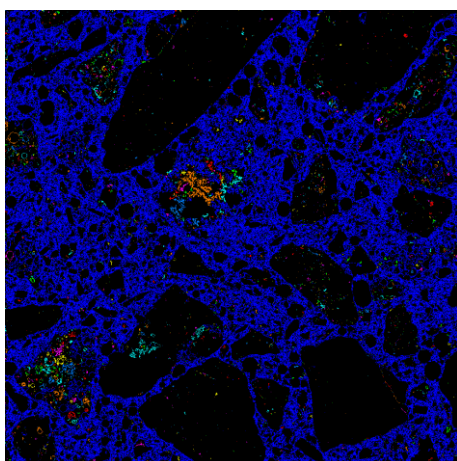


Figure 2.6 Image labellisée après seuillage (pâte cimentaire en bleu)

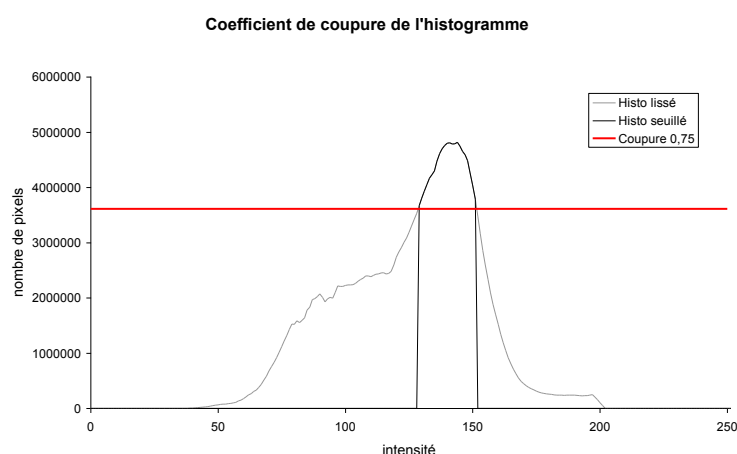
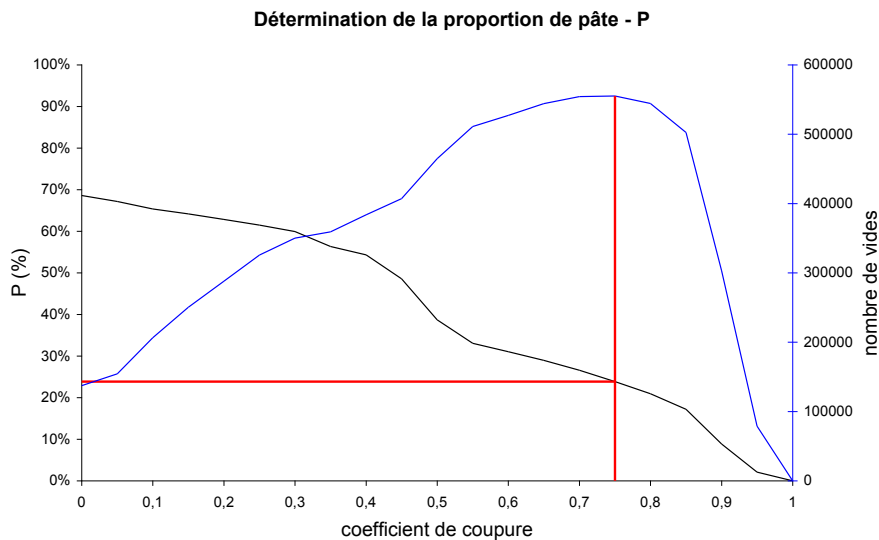


Figure 2.7 Bornes de l'intervalle correspondant à de la pâte avec un coefficient de coupure de 0,75

Le maximum de la courbe représentant le nombre de vides dans l'objet de surface maximale de l'image permet donc d'identifier le coefficient de coupure correspondant à une surface de pâte de continuité maximale en ayant supprimé le maximum de granulats.

Dans le cas traité, ce niveau de coupure correspond à une surface de pâte de 23,9%. En comparaison, la valeur obtenue par comptage manuel (ASTM C457) est de 25,8%.



**Figure 2.8 Détermination de la surface de pâte depuis l'image pâte et résidus en fonction du nombre de vides contenus dans l'objet de plus grande surface**

### 2.2.3 METHODE DE DETECTION DU RESEAU DE BULLES D'AIR

Cette partie présente l'identification du réseau de bulles d'air par seuillage dans le cadre d'images acquises au grossissement x100 (voir détail en Annexe 3). Les images respectent les contraintes de la norme NF EN 480-11, en particulier, le positionnement des lignes transversales et le linéaire cumulé sur la surface testée.

La problématique principale réside dans le choix du seuil d'intensité pour la détection de l'alumine comblant les vides d'air, que cela soit réalisé sur une plaque polie et aluminée ou polie, encrée et aluminée. Le choix du seuil est actuellement réalisé par l'opérateur. Le second paragraphe présente les résultats obtenus en appliquant la méthode sur une plaque polie et aluminée, puis encrée et aluminée. Ces résultats sont comparés aux résultats obtenus par comptage manuel.

#### 2.2.3.1 Choix d'une intensité du niveau de seuillage

L'alumine de couleur blanche réfléchit un niveau d'intensité qui dépend principalement de l'épaisseur de la couche d'alumine en place. Ce point est illustré par le profil d'intensité sur un linéaire traversant une bulle dans la Figure 2.9 qui présente une pente aux extrémités de la bulle d'air (de 110 à 155). On distingue à gauche de la bulle d'air une tâche claire (très certainement un arrachement de pâte ou de granulat) dont l'intensité maximale atteint 125 mais qui n'est pas une bulle et ne doit pas être retenue.

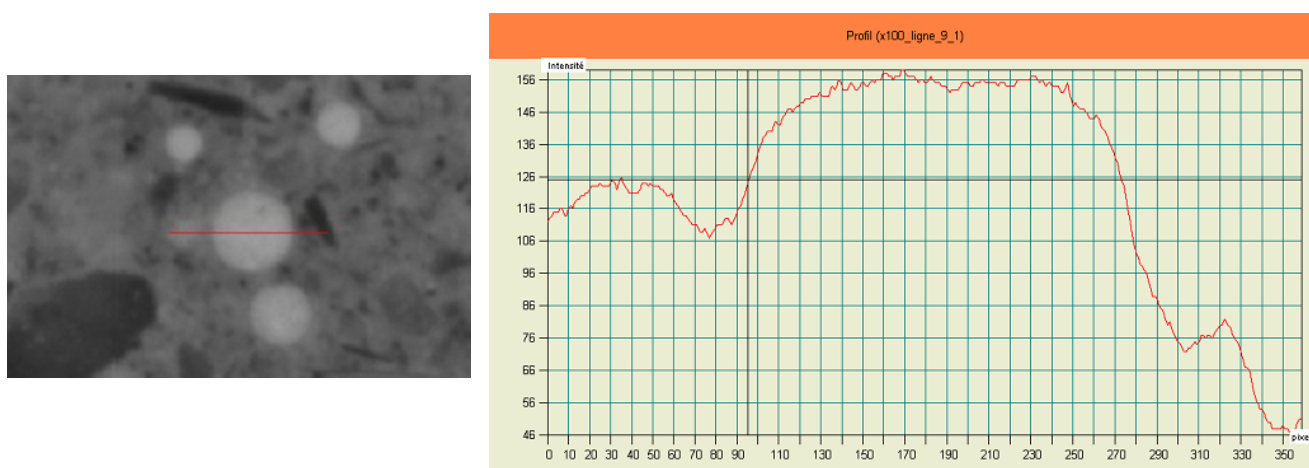


Figure 2.9 Profil d'intensité parcourant une bulle d'air (plaque polie au grain 1000 puis aluminée)

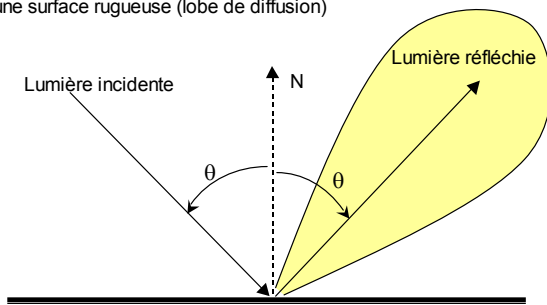
La Figure 2.11 présente différents seuils de détection (110 à 140) sur un bandeau acquis depuis une surface aluminée (dimension du bandeau : 0,8 mm x 90 mm, 24320 pixel x 960 pixel).

La Figure 2.12 présente la même surface<sup>6</sup> encrée en noir puis aluminée. Le contraste de l'image permettant d'identifier le réseau de bulles d'air est donc accentué.

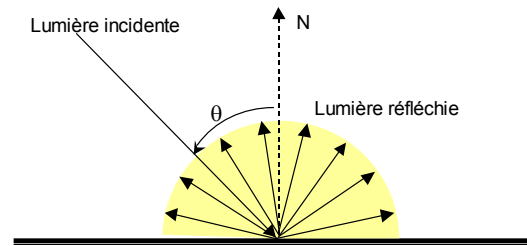
Cependant, la surface encrée présente des caractéristiques proches de celles d'une surface parfaitement diffusante dont le principe est présenté dans les Figures 2.10. Cette surface émet une luminance indépendante de la direction d'observation.

<sup>6</sup> Le changement de position indétectable des bulles d'air est dû à un léger décalage de l'échantillon dans le gabarit lors de l'acquisition.

Principe de la réflexion selon Snell-Descartes sur une surface rugueuse (lobe de diffusion)



Principe de la réflexion diffuse selon le modèle de Lambert La luminance est indépendante de la direction d'observation



Figures 2.10 Principes de réflexion de la lumière, la réflexion diffuse est applicable aux surfaces mates

Le seuil optimal de détection du réseau de bulles d'air de 125 pour la surface aluminée diminue à 55 pour la même surface encrée et aluminée. Cette atténuation de la luminance de l'alumine est essentiellement due à la détection d'un objet clair sur un fond sombre et mat générant une réflexion diffuse et un albédo plus important (absorption d'une partie de la lumière incidente).

Pour cette plaque, les différents seuils par pas de 5 points d'intensité ont été calculés. Pour les essais croisés, un encadrement à  $\pm 5$  points d'intensité est systématiquement calculé pour évaluer la robustesse de la méthode par rapport aux erreurs sur le seuil retenu.

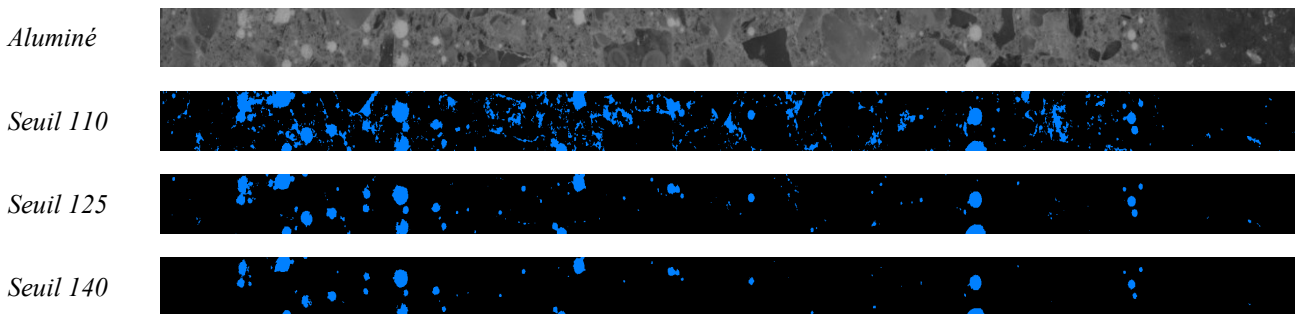


Figure 2.11 Segmentation des bulles d'air pour trois niveaux de seuillage à partir d'une plaque polie et aluminée

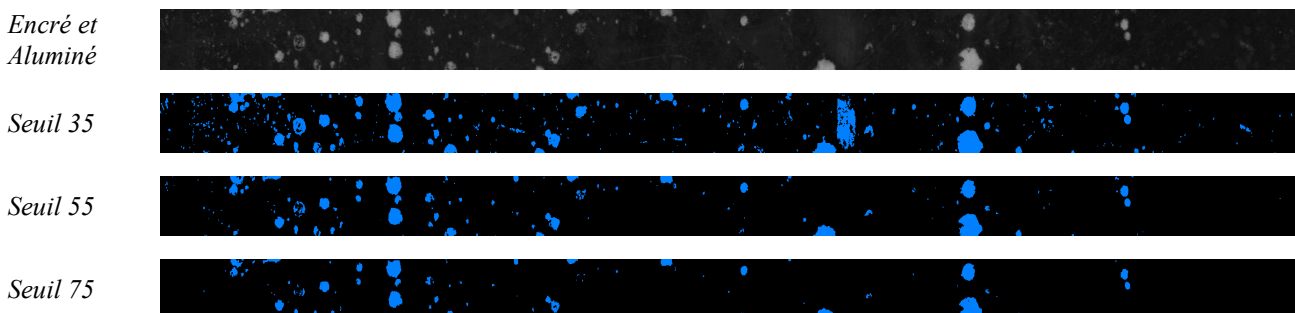


Figure 2.12 Segmentation des bulles d'air pour trois niveaux de seuillage à partir d'une plaque polie, encrée et aluminée

### 2.2.3.2 Détermination du réseau de bulles d'air

Le seuil de détection étant établi, la segmentation des bulles d'air réalisée (opérations morphologiques réduites au minimum), un masque linéaire sur les images précédentes permet d'obtenir directement les interceptions avec les bulles d'air. Pour évaluer les deux méthodes de détection du réseau de bulles d'air sur une même plaque d'essai, deux valeurs peuvent être comparées : le nombre de bulles interceptées par mètre (N/m) et la quantité d'air calculée (A en %). Ces résultats sont portés dans la Figure 2.13.

Plaque 2828 2 (aluminée)					Plaque 2828 2 (encrée et aluminée)				
	Seuil	N/m	A	L <sub>barre</sub> (μm)		Seuil	N/m	A	L <sub>barre</sub> (μm)
Analyse d'image P=23,9%	110	1374	11,2%	43	Analyse d'image P=23,9%	35	763	7,9%	78
	120	463	6,4%	129		50	348	6,0%	172
	125	313	5,5%	<b>190</b>		55	321	5,7%	<b>186</b>
	130	237	5,0%	239		60	298	5,6%	200
	140	167	4,0%	301		75	248	5,1%	231
ASTM P=24,1%		277	6,5%	<b>217</b>	ASTM P=24,1%		277	6,5%	<b>217</b>

Figure 2.13 Évaluation du réseau de bulles d'air et calcul du L<sub>barre</sub> pour une plaque aluminée, puis encrée et aluminée

Pour les deux types de préparation (aluminée, encrée et aluminée) les résultats obtenus par analyse d'image sont sensiblement équivalents. Par contre, les résultats sont plus stables pour une plaque encrée et aluminée lorsque l'on applique une variation de  $\pm 5$  points d'intensité sur le niveau de seuillage.

Les valeurs du tableau de la Figure 2.13 sont complétées par les courbes de la Figure 2.15 et présentent l'évolution des paramètres N et A en fonction de l'intensité de seuillage. L'interception des courbes issues de l'analyse d'image et des valeurs fixes issues du comptage manuel permet d'identifier les intensités de seuillage reportées dans la Figure 2.14. Ce constat nous amène à conclure qu'il n'y a pas de possibilité de correspondance entre les valeurs de N et A issues du comptage manuel et celles issues de la méthode par analyse d'image avec un seul niveau de seuillage.

Valeur ASTM C457	Niveau de Seuillage correspondant par analyse d'image	
	Plaque encrée et aluminée	Plaque aluminée
N = 277	64	127
A = 6,47%	43	120
L = 217 mm	65	128

Figure 2.14 Correspondance entre une mesure ASTM C457 et l'intensité du seuillage par analyse d'image

### 2.2.4 CALCUL DU FACTEUR D'ESPACEMENT SELON LA NORME NF EN 480-11

Le calcul du facteur d'espacement requiert 3 valeurs : la proportion de la surface de pâte P, le nombre de bulles d'air N et la quantité d'air A (ou la surface spécifique  $\alpha$ ). On notera que P est indépendante des deux autres valeurs et que le réseau de bulles d'air est caractérisé par 2 paramètres indépendants parmi (N, A,  $\alpha$ ).

Les mesures par analyse d'image de N et A, obtenues en fonction du seuillage, sont données dans le tableau de la Figure 2.13 et les courbes d'évolution en fonction de l'intensité de seuillage sont présentées dans la Figure 2.15.

Comme explicité dans le paragraphe précédent, il n'est pas possible d'obtenir des couples de valeurs (N, A) identiques par comptage manuel et par analyse d'image. De plus, le réseau de bulles d'air déterminé est replacé dans une quantité de pâte évaluée de manière différente pour les deux méthodes.

Lors de la campagne d'essais croisés, les valeurs obtenues pour le facteur d'espacement sont comparées. Pour établir une analyse complète de la méthode, les réseaux de bulles d'air au travers du couple (N, A) d'une part et de la surface de pâte d'autre part sont également comparés. En effet, les erreurs de mesures liées à la méthode d'évaluation de ces deux éléments peuvent se cumuler ou se soustraire.

Dans l'exemple choisi dans cette section, la surface de pâte est de 24,1% pour le comptage manuel et de 23,9% pour l'analyse d'image. L'écart entre ces deux valeurs de surface de pâte est très faible. L'élément induisant une différence de résultat sur le facteur d'espacement entre les deux méthodes est donc la différence de détection du réseau de bulles d'air (N, A).

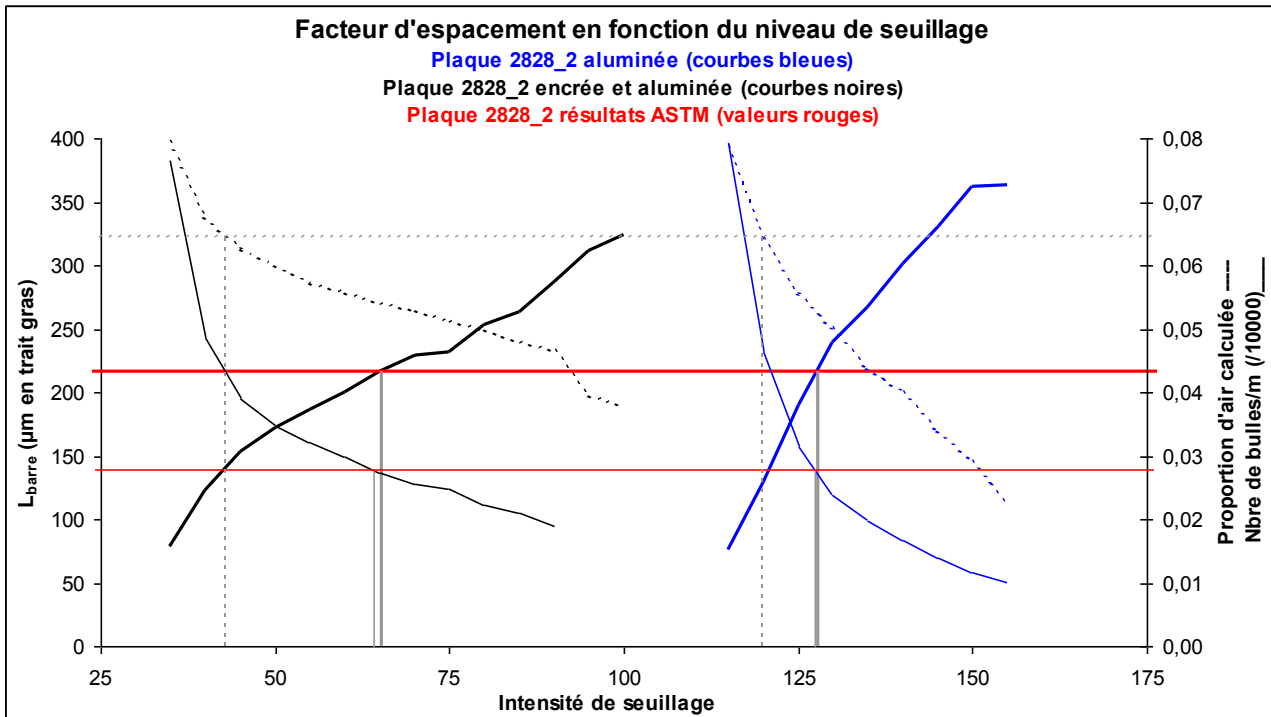


Figure 2.15 Paramètres (N et A) et  $L_{\text{barre}}$  en fonction de l'intensité de seuillage pour une plaque encrée et aluminée et pour une plaque aluminée

Dans l'intervalle d'intensité correspondant aux valeurs recherchées, on note que la pente des courbes N, A ou L est plus faible pour la plaque encrée puis aluminée. Ce constat permet d'envisager l'emploi de cette préparation dans le cas où le seuillage par opérateur manuel serait difficilement reproductible.

Cependant, cette préparation est plus longue car elle impose des manipulations supplémentaires :

- la plaque est polie puis aluminée pour réaliser l'acquisition pour l'identification de la surface de pâte,
- la plaque doit ensuite être nettoyée, encrée et re-aluminée pour l'acquisition des bandeaux de détection du réseau de bulles d'air.

Lors des essais croisés, les échantillons sont testés avec des plaques polies et aluminées. Trois échantillons sont testés avec les deux types de préparation afin d'évaluer le caractère généralisable de cette différence de sensibilité du niveau de seuillage sur le résultat final.



## 2.2.5 COMPARAISON DES METHODES D'ÉVALUATION DU FACTEUR D'ESPACEMENT

### 2.2.5.1 Surface de pâte

#### 2.2.5.1.1 Surface de pâte théorique

La surface de pâte moyenne peut être calculée depuis la formulation du béton ou du mortier. Cette valeur est une moyenne sur l'ensemble d'une fabrication considérée comme parfaitement homogène. La surface de pâte moyenne obtenue depuis les formulations est comprise entre 27,5 et 30,9% pour les bétons et elle est de 39,0% pour le mortier (cf. Figure 2.16).

Il est très délicat de comparer cette valeur théorique aux résultats d'essai. Les deux éléments suivants apportent des modifications sur l'évaluation de la proportion de pâte cimentaire contenue dans un corps d'épreuve en béton :

- le prélèvement du béton frais pour fabriquer un corps d'épreuve de béton durci et la stabilité du réseau de bulles d'air préalablement à l'hydratation du béton,
- la répartition hétérogène de la quantité d'air au sein d'un corps d'épreuve lié à l'effet de paroi.

Ces deux éléments sont détaillés en Annexe 4 sur un exemple pour lequel on dispose de l'ensemble des informations théoriques et des mesures du facteur d'espacement depuis la surface jusqu'au cœur du matériau.

Dans le cas traité en Annexe 4, si on reporte le réseau de bulles d'air caractérisé à cœur du corps d'épreuve ( $A = 1,9\%$  et  $a = 15,0 \text{ mm}^{-1}$ ) dans les deux proportions de pâte cimentaire évaluées, le calcul du facteur d'espacement donne les résultats suivants :

- P issue de la formule théorique  $P = 27\%$ ,  $L_{\text{barre}} = 494 \text{ }\mu\text{m}$ ,
- P évaluée directement sur le corps d'épreuve  $P = 21\%$ ,  $L_{\text{barre}} = 442 \text{ }\mu\text{m}$ .

Cette différence de résultat est trop importante pour utiliser une évaluation de la proportion de pâte cimentaire P depuis la formule théorique de fabrication du béton et la reporter dans le calcul du facteur d'espacement  $L_{\text{barre}}$ . La norme NF EN 480-11 préconise d'utiliser directement la surface de pâte issue du calcul théorique de la formule de gâchage, ce qui apparaît ici clairement insuffisant.

Les données nécessaires permettant de calculer la surface de pâte depuis la formule sont disponibles pour 9 des 18 échantillons testés. La moyenne des écarts entre la surface de pâte théorique  $P_{\text{Théorique}}$  et les valeurs obtenues par comptage manuel  $P_{\text{Comptage\_Manuel}}$  (respectivement par analyse d'image  $P_{\text{Analyse\_Image}}$ ) est de 21,3% (respectivement 16,0%). Ces écarts élevés confirment la difficulté d'emploi de la surface de pâte évaluée de manière théorique à partir de la formulation du béton.

### 2.2.5.1.2 Comparaison de la surface de pâte issue du comptage manuel et de l'analyse d'image

Les résultats obtenus sur l'évaluation de la surface de pâte pour les bétons testés sont compris entre 16,8% et 34,7% pour le comptage manuel (ASTM C457) et entre 20,2% et 31,4% pour la méthode par analyse d'image.

L'écart moyen des mesures entre les deux méthodes est de 16,0% et le fractile des écarts établi avec un intervalle de confiance de 95% est égal à 32%.

On note que la surface de pâte théorique calculée à partir de la formulation du béton est systématiquement supérieure à la surface de pâte mesurée par analyse d'image ou par comptage manuel (à l'exception de la valeur obtenue par comptage manuel pour l'échantillon 3026\_2).

Détermination de la surface de pâte				
n°essai	Théorique	Comptage Manuel	Analyse d'image	Ecart relatif*
98	27,5%	28,4%	22,1%	22,1%
2752_1		27,4%	22,4%	18,4%
2828_2	28,6%	24,1%	23,9%	0,7%
2977_1		19,7%	22,6%	12,8%
2990_2		28,3%	31,4%	9,8%
2995_1		28,6%	30,8%	7,1%
3015_1	28,7%	22,9%	31,1%	26,5%
3026_2	28,8%	34,5%	23,4%	32,1%
3028_1		25,9%	22,4%	13,7%
3069_1		29,1%	26,4%	9,4%
3080_4		16,8%	22,2%	24,2%
3215_1		18,1%	26,8%	32,5%
3290_1	30,9%	17,7%	20,2%	12,4%
3510_2		28,6%	23,7%	17,3%
3511_1		34,7%	27,7%	20,2%
3553_1	29,2%	25,5%	22,3%	12,8%
3553_2	29,2%	27,5%	21,2%	22,8%
3559_2	29,2%	31,3%	28,5%	9,1%
Mortier	39,0%	34,9%	34,6%	0,7%
moyenne				16,0%
écart type				9,2%
fractile à 95% des écarts relatifs (95%)				32,0%

\*Ecart relatif entre la valeur issue du comptage manuel et celle issue de l'analyse d'image

Figure 2.16 Comparaison des méthodes d'évaluation de la surface de pâte

### 2.2.5.2 Réseau d'air entraîné et facteur d'espacement

L'ensemble des résultats est présenté dans la Figure 2.17. Les écarts moyens entre les 2 méthodes sont de 14% pour N et de 22% pour A. On dispose de 5 mesures d'air occlus sur béton frais. Les quantités d'air obtenues par opérateur manuel présentent des écarts plus importants avec l'air occlus que celles obtenues par analyse d'image.

On note une légère différence entre les résultats obtenus par analyse d'image et par comptage manuel. D'une part, il y a un nombre plus élevé de bulles interceptées par analyse d'image, ce qui s'explique par la difficulté de détection de bulles de faible diamètre ( $< 20 \mu\text{m}$ ) par l'opérateur manuel, et une prise en compte du réseau poreux contenu dans les gros granulats par l'analyse d'image. D'autre part, la quantité d'air calculée est plus faible par analyse d'image car l'anneau en périphérie des bulles d'air n'est souvent pas pris en compte lors de la segmentation, ce qui réduit la surface spécifique moyenne des bulles et donc la quantité d'air globale. Par ailleurs, le comptage manuel est réalisé avec un intervalle de  $750 \mu\text{m}$  et les bulles de faible dimension ont une dimension surestimée par cette forte maille.

Plaque	Air occlus	Comptage manuel			Analyse Image			Ecart relatifs			
		N (/m)	A	L <sub>barre</sub> ( $\mu\text{m}$ )	N (/m)	A	L <sub>barre</sub> ( $\mu\text{m}$ )	N	A	L <sub>barre</sub>	
98		257	6,0%	264	261	5,2%	212	2%	14%	20%	
2752-1		443	5,2%	139	489	6,7%	114	9%	23%	18%	
2828 2	5,3%	277	6,5%	217	313	5,5%	190	12%	14%	12%	
2977-1	4,8%	294	7,4%	167	260	4,9%	209	12%	34%	20%	
2977-1*		294	7,4%	167	282	5,5%	200	4%	25%	17%	
2990-2		234	2,7%	188	256	2,8%	184	9%	5%	2%	
2995-1		284	5,2%	221	192	2,6%	231	32%	50%	4%	
3015-1		492	7,3%	116	856	8,8%	91	42%	17%	22%	
3026-2		458	5,4%	153	425	4,0%	117	7%	26%	23%	
3028 1	5,7%	250	3,1%	182	322	4,0%	151	22%	22%	17%	
3069-1		497	4,8%	124	454	3,9%	115	9%	18%	8%	
3069-1*		497	4,8%	124	318	2,9%	138	36%	40%	10%	
3080-4		492	6,7%	85	502	10,2%	143	2%	34%	40%	
3215-1		815	11,1%	64	798	8,8%	68	2%	21%	6%	
3290-1		372	5,8%	119	365	5,8%	126	2%	1%	5%	
3510-2		417	6,1%	165	368	5,5%	161	12%	10%	3%	
3511-1		123	3,8%	472	103	3,5%	481	16%	9%	2%	
3511-1*		123	3,8%	472	101	2,4%	404	18%	36%	14%	
3553-1		253	7,3%	252	282	7,8%	198	10%	7%	22%	
3553-2	5,8%	276	9,1%	249	297	5,7%	179	7%	37%	28%	
3559-2		412	6,7%	183	475	5,2%	131	13%	23%	28%	
mortier	4,0%	144	9,2%	616	195	6,7%	402	26%	28%	35%	
								moyenne	14%	22%	16%
								écart type	11%	13%	11%
								fractile à 95% des écarts relatifs	34%	44%	35%

Figure 2.17 Évaluation du réseau d'air entraîné et du facteur d'espacement

Le calcul du facteur d'espacement (voir section 1.4.2.2) est réalisé à l'aide des paramètres suivants :

- pour  $P/A \leq 4,33$  : P et N
- pour  $P/A \geq 4,33$  : P, N et A

La proportion d'air A, ne participe pas au calcul du  $L_{\text{barre}}$  pour  $P/A \leq 4,33$ , ce qui correspond aux proportions d'air fortes et/ou aux surfaces de pâte faibles. Dans le cadre de notre campagne d'essais, cela représente 8 essais sur 22 pour le calcul suivant l'ASTM C457. On note également que les écarts de mesures sur P d'une part et (N, A) d'autre part, peuvent se cumuler ou se compenser.

L'essai ASTM C457 est référencé dans [Recommandations gel, 2003] et il est primordial d'évaluer la similarité de conformité par rapport aux seuils de 200, 250 ou 300  $\mu\text{m}$ . En réalisant la mesure par analyse d'image sur les 22 échantillons testés, 4 auraient un positionnement modifié :

- l'essai 98 deviendrait conforme pour un seuil de 250  $\mu\text{m}$ ,
- les essais 2828\_2 (pour une lecture stricte du seuil de 200  $\mu\text{m}$ ) et 3553\_2 deviendraient conforme pour un seuil de 200  $\mu\text{m}$ ,
- l'essai 3553\_1 deviendrait conforme pour les deux seuils de 200 et 250  $\mu\text{m}$ .

Les différences de résultats de ces 4 essais ont des origines différentes :

- un écart sur la valeur de P pour les échantillons 98 et 3553-2,
- un écart sur le couple (N, A) pour 2828\_2,
- un cumul de faibles écarts sur P et (N, A) pour l'essai 3553-2.

Les résultats de mesure du  $L_{\text{barre}}$  sont souvent plus faibles pour l'analyse d'image que pour le comptage manuel. L'écart entre les deux mesures est caractérisé par les paramètres suivants :

- moyenne de 16%,
- écart type de 11% (soit un coefficient de variation de 69%),
- un fractile à 95%, de 29%.

Ces écarts relatifs entre les deux méthodes sur le facteur d'espacement sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus sur P et (N, A). Ces écarts sont légèrement inférieurs aux incertitudes présentées en section 1.4.2.2.

## 2.3 CAMPAGNES EXPERIMENTALES SUR BETON SELON L'ESSAI NORMALISE D'ECAILLAGE

### 2.3.1 OBJECTIFS DES CAMPAGNES EXPERIMENTALES

La bibliographie présente le gel et l'écaillage des bétons tel qu'il a été caractérisé au 20<sup>ème</sup> siècle, c'est-à-dire par une approche essentiellement expérimentale basée sur des études paramétriques. Les objectifs de ces études sont le plus souvent de qualifier la résistance d'un type de matériau face à un essai ; plus rarement, il s'agit de qualifier les conditions d'exposition du matériau.

Lors de la réalisation d'un essai normalisé d'écaillage, on peut séparer en 2 catégories les paramètres spécifiques qui influent sur la résistance au gel et à l'écaillage (voir section 1.3.3). La première de ces deux catégories concerne les conditions d'exposition depuis la fabrication du matériau, la conservation, le stockage, la préparation des corps d'épreuve et enfin, l'exposition aux cycles de gel-dégel en présence d'une solution contenant ou non un agent agressif qui est généralement du NaCl.

La seconde catégorie de paramètres concerne les propriétés du matériau exposé. Il s'agit essentiellement dans notre cas de la formulation du béton, qui lui confère une résistance plus ou moins importante au gel-dégel, essentiellement en fonction du rapport E/C et de la présence d'un réseau d'air entraîné.

La considération de ces deux catégories de paramètres nous a conduit à travailler, dans cette première étape, avec les procédures de réalisation d'essai éprouvées de l'essai d'écaillage normalisé XP P 18-420. Cela nous place dans des conditions considérées comme identiques, permettant de réaliser des études comparatives comportant un biais limité lié à la première catégorie de paramètre d'influence. La seconde catégorie de paramètre impose, pour que ces résultats soient généralisables, l'emploi de différentes formules de béton et que la gamme de bétons soit représentative des bétons traditionnels au sens de [Recommandations gel, 2003]. Pour être conforme à ces exigences, les 3 formules de béton retenues pour ces campagnes expérimentales sont composées d'un ciment Portland ordinaire et présentent une résistance faible à très élevée face à l'essai d'écaillage.

On note également des propriétés récurrentes relatives à l'essai d'écaillage. On en relève trois qui servent de base aux objectifs de cette partie de la campagne expérimentale :

- La dispersion des résultats est une problématique récurrente liée au résultat d'essai d'écaillage qui induit une difficulté d'analyse des résultats obtenus par essai d'écaillage. Les résultats issus de la bibliographie sont à utiliser avec précaution en raison de la généralisation de résultats sur la base d'un faible nombre d'essais sans en avoir qualifié la dispersion. Il semble donc impératif de qualifier la répétabilité de l'essai normalisé d'écaillage français pour pouvoir qualifier la validité des résultats obtenus dans le cadre de cette étude.
- L'influence directe de la présence d'un agent agressif, en général du NaCl, dans la solution à laquelle est exposé le corps d'épreuve et en particulier l'observation de l'effet pessimum (voir section 1.3.2.2). Cet effet doit être vérifié sur des bétons présentant une gamme étendue de résultats et sur un nombre de corps d'épreuve suffisant afin de s'assurer d'une correcte représentativité de cet effet sur les bétons traditionnels.
- Enfin, la présence du NaCl dans le béton semble avoir une faible influence d'après les résultats relevés dans la bibliographie (voir section 1.3.2.3) bien que certains auteurs apportent des conclusions contradictoires. Il faut toutefois noter que la difficulté majeure est l'aspect destructif de la caractérisation de la présence de NaCl dans le béton qui ne permet pas de réaliser a posteriori un essai d'écaillage. Ainsi, les campagnes expérimentales réalisées par [Marchand, 1993] et [Lindmark, 1998] incluent une période de re-saturation avec une solution contenant un pourcentage de NaCl avant réalisation de l'essai d'écaillage. Mais la quantité de NaCl contenue dans le béton n'est pas quantifiée, ni avant la réalisation de l'essai, ni après.

Les objectifs, lors de la réalisation des essais sur béton, sont centrés sur ces trois propriétés au travers des essais suivants :

- qualification de la répétabilité avec un nombre de résultats individuels de 16 ou 24 pour qualifier la dispersion dans le cadre d'un essai normalisé (56 cycles et 3% de NaCl dans la solution de surface).
- vérification de l'existence de l'effet pessimum pour différentes gammes de béton présentant une résistance faible à très élevée à l'écaillage en établissant les incertitudes de résultats d'essais pour chaque concentration de NaCl testée dans la solution de surface.
- évaluation d'une corrélation possible entre le résultat d'écaillage et le front de pénétration des ions chlorure en fin d'essai mais également en cours d'essai. Cette évaluation sera établie pour différentes concentrations de NaCl dans la solution de surface.

La formule de béton B1, faiblement résistante à l'écaillage, a permis de développer avec 3 fabrications de corps d'épreuve, des séries d'essais dédiées à ces trois objectifs. Les premiers résultats obtenus sur la répétabilité ont rendu nécessaire la réalisation d'une nouvelle campagne pour valider ces résultats sur une formule de béton notée B2, moyennement résistante à l'essai d'écaillage.

Les résultats obtenus sur les formules B1 et B2 ont conduit à orienter les essais de la formule B3 avec la combinaison d'un nombre suffisant d'échantillons par % de NaCl testé et une variation de % de NaCl dans la solution de surface avec un pas suffisamment fin pour rechercher la valeur de l'*extremum* de cette courbe.

## 2.3.2 FABRICATION ET CARACTERISATION DE 3 FORMULES DE BETON

### 2.3.2.1 Formule de béton B1

La formule du béton B1, reportée dans le tableau de la Figure 2.18, est composée sur la base d'une formule utilisée en préfabrication et a déjà été utilisée pour des études précédentes [Prost et Orcel, 2003]. Comme indiqué dans ce rapport, la variation du résultat d'écaillage peut, dans le cas particulier de cette formule, être obtenue en modifiant la quantité d'air entraînée (cf. Figure 1.43).

Formule béton B1	Pour 1m <sup>3</sup>
<b>Ciment</b> - Lafarge, Le Teil CEM I 52,5N PMES	350 kg/m <sup>3</sup>
<b>Agrégats</b> - Carrières Fromant - Auberives en Royans (38) Sable : 0/4 Lavé Gravillon : 4/12,5 Roulé Lavé Gravillon : 11,2/22,4 Roulé Lavé	655 kg/m <sup>3</sup> 280 kg/m <sup>3</sup> 920 kg/m <sup>3</sup>
<b>Adjuvants</b> - Fosroc CIA – Chasse sur Rhône Superplastifiant : Resiflow BB40 Accélérateur de prise : Résivit Entraîneur d'air : ResiAir 200	(en % de ciment) 0,74% 0,76% 0,10%
<b>Eau</b> (eau efficace)	135 l/m <sup>3</sup>

Figure 2.18 Formule du béton B1

Lors de ces essais, on recherche une valeur d'écaillage élevée pour obtenir des résultats exploitables avec l'application d'un faible nombre de cycles de gel-dégel. La formule retenue pour le béton B1, contient entre 2 et 3% d'air occlus dans le béton frais. Elle doit permettre, selon le graphe de la Figure 1.43, d'obtenir des valeurs d'écaillage d'environ 2000 à 3000 g/m<sup>2</sup>. Pour respecter le calage de fabrication réalisé lors des études précédentes, les matériaux constitutifs de la formule sont identiques et l'accélérateur de prise a été maintenu.

Les éprouvettes ont été réalisées au cours de trois fabrications permettant de produire 20 cubes 15 cmx15 cm en environ 20 minutes. Le béton a été mis en place au moyen d'une table vibrante conforme à la norme NF P18-421 avec un temps de vibration de 15 s conformément à la norme (en relation avec les affaissements obtenus). Les éprouvettes ont été numérotées dans l'ordre de fabrication et regroupées par 4 pour former un essai d'écaillage.

### 2.3.2.1.1 Caractérisation du béton frais

L'air occlus est compris entre 1,9 et 2,4%, ce qui est conforme à la valeur attendue et plutôt stable en regard de la variation naturelle de 0,5% généralement observée sur cette mesure. La mesure de la masse volumique sur béton frais selon la norme NF EN 12350-6 est également régulière avec une moyenne de 2,42 t/m<sup>3</sup>.

Les mesures d'affaissement sont portées dans la Figure 2.19. La mesure d'affaissement à  $t = 0$  min est comprise entre 80 et 110 mm pour les trois fabrications. Après humidification des matériaux, la teneur en eau du sable est élevée et comprise entre 10 et 12%. Un léger défaut de prélèvement (homogénéité de la ré-humidification) pour réaliser la teneur en eau a pu conduire à un défaut de correction pour l'eau d'apport et induire les faibles variations constatées sur la mesure d'affaissement.

Fabrication	Affaissement		Air occlus	Masse volumique
	t = 0 min	t = 30 min	T = 0 min	
B1-1	80 mm	50 mm	2,4%	2,41 t/m <sup>3</sup>
B1-2	90 mm	40 mm	1,9%	2,43 t/m <sup>3</sup>
B1-3	110 mm	Non mesuré	2,0%	2,43 t/m <sup>3</sup>

Figure 2.19 Béton B1 – Résultats d'essais sur béton frais

Les essais sur béton durci ont permis de confirmer l'homogénéité des 3 fabrications.

### 2.3.2.1.2 Caractérisation du béton durci

Ces essais ont été menés sur les éprouvettes non utilisées pour les essais d'écaillage. Ces éprouvettes ont été réalisées en fin de chaque fabrication.

Les essais de résistance en compression sur 3 éprouvettes 16x32 (en cm) ont été réalisés sur la fabrication de calage. La résistance moyenne à 28 jours est de  $f_{cm} = 42,5$  MPa. Cette mesure est conforme aux résultats attendus.

L'essai de porosité accessible à l'eau a été réalisé selon la méthode [AFPC-AFREM, 1997] sur des échantillons de dimensions 7x7x7 (en cm) après une durée de saturation de 72h. Cet indicateur de durabilité est considéré comme satisfaisant pour un projet à 100 ans à partir de valeurs inférieures à 11% sur un béton à 90 j.

Les valeurs reportées dans le tableau de la Figure 2.20 se situent dans une fourchette globale de 9,2 à 11,0%. La moyenne de tous les essais individuels est de 10,0% pour un coefficient de variation de 6,3%. Ces résultats nous permettent de considérer que les fabrications sont homogènes au regard de ce paramètre.

Porosité accessible à l'eau						
Gâchée	Date d'essai	Résultats individuels (%)				Moyenne (%)
		1	2	3	4	
B1-1	79 j	11,0	10,8	10,3	10,5	10,6
B1-2	77 j	9,2	10,4	9,3	9,3	9,6
B1-3	84 j	9,6	9,6	9,5	10,1	9,7

Figure 2.20 Béton B1 – Porosité accessible à l'eau



L'essai d'absorption capillaire est réalisé selon la méthode [AFPC-AFREM, 1997]. Les résultats sont présentés en détails dans la Figure 2.21. Les coefficients d'absorption obtenus à 48 h sont très homogènes par fabrication et présentent des moyennes sur quatre essais de 4,7-4,6 et 5,1 kg/m<sup>2</sup>. La moyenne du coefficient d'absorption de toutes les fabrications est égal à 3,9 kg/m<sup>2</sup> à 24 h et 4,8 kg/m<sup>2</sup> à 48 h. Le coefficient de variation de l'ensemble des essais est de 13% ce qui peut paraître légèrement élevé. On notera toutefois que si l'on ne retient pas la valeur de 6,6 kg/m<sup>2</sup> (gâchée B1-3, éprouvette 1 à 48h), la moyenne est de 4,6 kg/m<sup>2</sup> et le coefficient de variation est alors ramené à 6%.

Gâchée	Absorption capillaire (kg/m <sup>2</sup> )					
		Résultats individuels				Moyenne
B1-1	24 h	3,8	4,4	3,5	3,9	3,9
	48 h	4,6	5,4	4,2	4,5	4,7
B1-2	24 h	3,5	3,7	3,6	3,6	3,6
	48 h	4,4	4,7	4,6	4,6	4,6
B1-3	24 h	5,6	3,6	3,7	3,6	4,1
	48 h	6,6	4,7	4,6	4,6	5,1

Figure 2.21 Béton B1 – Absorption capillaire à 24h

Le facteur d'espacement de cette formule a été étudié dans le cadre de [Prost et Orcel, 2003]. L'évolution du  $L_{\text{barre}}$  depuis la surface du corps d'épreuve est présenté dans la Figure 2.22. Une analyse des résultats obtenus est présentée en Annexe 7.

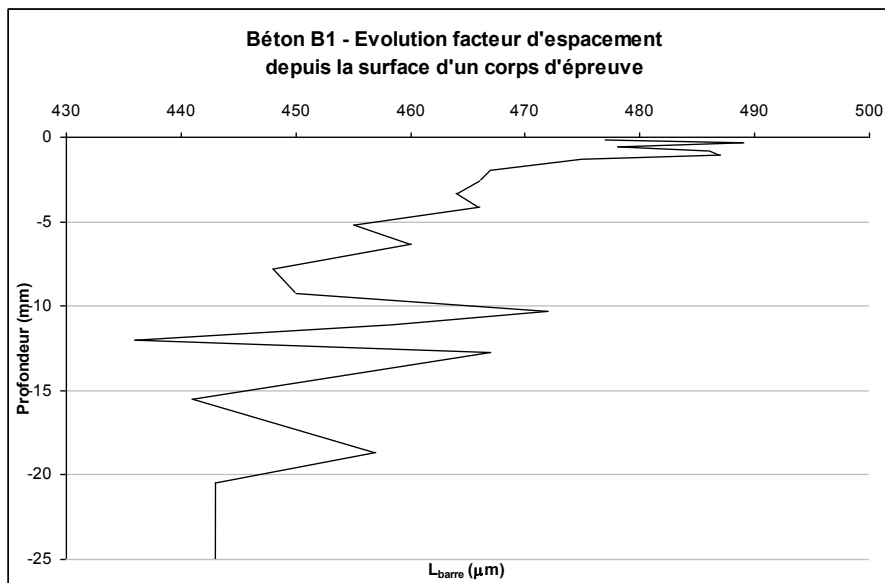


Figure 2.22 Béton B1 – Évolution du facteur d'espacement depuis la surface coffrée

Ce facteur d'espacement est égal à 441  $\mu\text{m}$  à cœur du matériau et atteint une valeur de 471  $\mu\text{m}$  à 0,17 mm de la surface, soit une augmentation de 8%.

### 2.3.2.2 Formule de béton B2

La formule du béton B2 est reportée dans la Figure 2.23. Les 16 cubes sont fabriqués au cours de deux gâchées (4 pour la première puis 12). Ces cubes ont été vibrés avec une table vibrante du commerce (fréquence de 40 Hz) durant 13 s. Les éprouvettes ont été groupées par 4 pour former un essai normalisé d'écaillage.

Formule béton B2	Pour 1m <sup>3</sup>
<b>Ciment</b> - HOLCIM, Danne CEM I 52,5 N PMES CP2	410 kg/m <sup>3</sup>
<b>Agrégats</b> Sable : 0/4 L (Eurovia – alluvionnaire) Gravillon : 5/12 GL (Ferques – Boulonnais) Gravillon : 12/20 GL (Ferques – Boulonnais)	720 kg/m <sup>3</sup> 350 kg/m <sup>3</sup> 650 kg/m <sup>3</sup>
<b>Adjuvants</b> – Cemex Isola Isofluid 71 Isosphere 55	3,8 kg/m <sup>3</sup> 3,0 kg/m <sup>3</sup>
<b>Eau</b> (eau efficace)	167 kg/m <sup>3</sup>

Figure 2.23 Formule du béton B2

#### 2.3.2.2.1 Caractérisation sur béton frais

L'affaissement du béton en début de fabrication est de 155 mm pour une valeur attendue de 150 mm. L'air occlus est de 5,5% tel que précisé dans la Figure 2.24 ci-dessous.

	Affaissement	Air occlus	Masse volumique
Fabrication	t = 0 min	t = 0 min	
B2	155 mm	5,5%	2,35 t/m <sup>3</sup>

Figure 2.24 Béton B2 – Résultats d'essais sur béton frais

#### 2.3.2.2.2 Caractérisation du béton durci

La résistance moyenne à la compression sur éprouvettes 11x22 (en cm) à 28 jours est de  $f_{cm} = 59,0$  MPa (correction de 1MPa apportée).

Sept des demi-cubes restants de la découpe pour fabrication des essais d'écaillage ont été préparés pour réaliser 4 essais d'adhérence (1 essai par face coffrée). La préparation de surface est réalisée par brossage de manière identique à l'encollage du néoprène sur demi-cube pour l'essai d'écaillage.

Les résultats, portés dans la Figure 2.25, présentent un ordre de grandeur cohérent avec le résultat de résistance à la compression du béton B2. En effet, la formule empirique de l'Eurocode 2 partie 1.1 permet de calculer une résistance à la traction :  $f_{ctm} = 0,30 \times f_{ck}^{(2/3)}$ .

Si on retient  $f_{ck} = f_{cm} - 8$  MPa, on obtient  $f_{ctm} = 4,1$  MPa pour une adhérence moyenne mesurée sur 28 essais de 4,1 MPa.

Ces résultats présentent une dispersion légèrement supérieure à ce que l'on obtient généralement pour ce type d'essais avec un coefficient de variation de 14%, mais sont en rapport avec la préparation de surface.

Béton B2 - Essais de pastillage - Adhérence (MPa)								
	3225-3	3225-4	3227-3	3228-2	3228-3	3228-4	3229-1	Analyse 28 essais
	5,0	4,6	4,0	3,2	4,6	3,6	4,7	
	3,7	3,7	3,5	2,7	4,4	4,1	3,9	
	4,3	3,2	4,4	4,3	4,2	3,7	4,3	
	4,3	5,1	4,1	3,8	4,0	4,3	5,1	
$\mu$ (MPa)	<b>4,3</b>	<b>4,2</b>	<b>4,0</b>	<b>3,5</b>	<b>4,3</b>	<b>3,9</b>	<b>4,5</b>	<b>4,1</b>
$\sigma$ (MPa)	0,5	0,9	0,4	0,7	0,3	0,3	0,5	<b>0,6</b>
$\sigma/\mu$	12%	21%	9%	20%	6%	9%	11%	<b>14%</b>

Figure 2.25 Béton B2 - Essais d'adhérence sur paroi coffrée

Les ruptures se sont produites généralement proches de la surface encollée, même pour des valeurs de traction élevées. Quelques essais présentent un faciès de rupture en profondeur comme illustré dans la Figure 2.26.



Figure 2.26 Évaluation de la traction par adhérence sur la face latérale de l'essai 3225-4

### 2.3.2.3 Formule de béton B3

La formule de béton B3 est reportée dans la Figure 2.27. Ce béton a été fabriqué avec le concours de la centrale à béton FABEMI située à Saint Laurent de Mûre. La centrale à béton a assuré gracieusement la mise à disposition du matériel de fabrication, la fourniture des matériaux ainsi que leur mise en œuvre.

Le bordereau de fabrication de la centrale indique une masse totale de matériaux de 2299 kg pour un volume de 0,951 m<sup>3</sup> et donc une densité de 2,42.

Formule béton B3	Pour 1 m <sup>3</sup>
<b>Ciment</b> - Vicat, Montalieu CEM I 52,5 N PM-CP2	380 kg/m <sup>3</sup>
<b>Agrégats</b> – Carrière Lafarge - (38) Sable : 0/4 semi-concassé Sable : 0/4 semi-concassé recomposé Gravillon : 4/11,2 semi-concassé lavé Gravillon : 11,2/22,4 semi-concassé lavé	550 kg/m <sup>3</sup> 240 kg/m <sup>3</sup> 420 kg/m <sup>3</sup> 520 kg/m <sup>3</sup>
<b>Adjuvants</b> - Sika Superplastifiant : Tempo 12 Entraîneur d'air : AER5	(en % de ciment) 0,10% 0,50%
<b>Eau</b> (eau efficace)	170 l/m <sup>3</sup>

Figure 2.27 Formule du béton B3

Pour cette campagne d'essais, 112 éprouvettes 16x32 (en cm) ont été fabriquées. Le béton a été mis en place au moyen d'une table vibrante conforme à la norme NF P18-421 équipée d'un contre moule métallique permettant l'emploi de moules 16x32 (en cm) cartonnés. Le temps de vibration appliqué est de 10 s, conformément aux préconisations de la norme XP P18-420 (en fonction de l'affaissement).

Les éprouvettes ont été numérotées dans l'ordre de fabrication et regroupées par 4 pour former un essai d'écaillage (cf. tableau de lotissement en Annexe 8).

Les échantillons ont été rapatriés à une échéance de 24 h. Ils ont été ensachés (pas de passage dans l'eau ou à 99% de HR à 20°C) puis stockés (sur le chant, face coffrée vers le mur) dans une chambre climatisée à 20°C.

### 2.3.2.3.1 Caractérisation du béton frais

Les essais sur béton frais ont été réalisés en début et en milieu de fabrication, soit à  $t = 0$  min,  $t = 30$  min. Une mesure d'affaissement en fin de fabrication, soit à  $t = 60$  min, a été réalisée afin d'évaluer le maintien rhéologique du béton. Les résultats sont présentés dans la Figure 2.28. La mesure de l'air occlus est constante, de l'ordre de 4%, et l'affaissement initial de 150 mm se maintient à 120 mm jusqu'à la fin de la fabrication.

Fabrication	Affaissement (en mm)			Air occlus	
	t = 0 min	t = 30 min	t = 1 h	t = 0 min	t = 30 min
B3	150	120	120	3,9%	3,9%

Figure 2.28 Béton B3 - Résultats d'essais sur béton frais

### 2.3.2.3.2 Caractérisation sur béton durci

Les essais de résistance à la compression ont été réalisés à 28 jours sur des prélèvements 11x22 (en cm) et donnent les résultats suivants :

- à  $t=0$  min,  $f_{cm} = 48,9$  MPa (valeurs individuelles : 50,0 47,5 et 52,0 MPa),
- à  $t=30$  min,  $f_{cm} = 50,1$  MPa (valeurs individuelles : 51,5 48,5 et 50,5 MPa).

Ces valeurs sont conformes aux résultats attendus pour un béton de classe C37/45. On ne constate pas de modification sensible entre les 2 dates de prélèvement.

Les résultats de porosité accessible à l'eau et d'absorption capillaire sont reportées dans le tableau de la Figure 2.29. La porosité accessible à l'eau a été réalisée selon la méthode [AFPC-AFREM, 1997] sur les parties A issues des 6 éprouvettes 11x22 (en cm, prélèvements conformes à [Recommandations durabilité, 2010]). Au cours de cet essai, la masse volumique a également été déterminée :

- porosité accessible à l'eau : 13,8% (coefficient de variation de 4%).
- masse volumique : 2,51 (moyenne sur les 6 résultats).

La porosité accessible à l'eau est un indicateur de durabilité qui est considéré comme satisfaisant pour un projet à 100 ans à partir de valeurs inférieures à 11% sur un béton à 90 j. Les valeurs obtenues sont légèrement supérieures dans notre cas.

		Résultats individuels						Moyenne
Porosité accessible à l'eau (%)		13,5	14,7	13,5	13,7	13,8	13,2	<b>13,8</b>
Absorption capillaire (kg/m <sup>2</sup> )	24 h	9,4	9,2	9,7	9,6	9,2	9,7	<b>9,4</b>
	48 h	11,2	9,8	10,8	11,7	11,7	12,1	<b>11,3</b>

Figure 2.29 Béton B3 – Porosité accessible à l'eau et absorption capillaire à 24h

L'absorption capillaire a été déterminée selon la méthode [AFPC-AFREM, 1997] sur les parties B des 6 prélèvements 11x22 (en cm), prélèvements conformes à [Recommandations durabilité, 2010].

L'absorption capillaire à 24 h est de 9,4 kg/m<sup>2</sup>, pour un coefficient de variation de 2%. Ces résultats permettent de considérer la fabrication comme très homogène.

Le facteur d'espacement a été établi suivant la norme ASTM C457. Sept échantillons ont été prélevés dans la partie restante des éprouvettes 16x32 (en cm). Le tableau de la Figure 2.30 présente les résultats dans l'ordre de prélèvement (voir Annexe 8) :

Prélèvement	Facteur d'espacement selon ASTM C457				
	Opérateur	A (%)	P (%)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	L <sub>barre</sub> (μm)
4	A	6,9	27	19	206
20	B	7,1	35	27	105
36	A	6,0	30	18	255
51	A	8,9	30	19	180
66	B	6,9	36	24	115
82	A	7,0	30	21	205
98	A	6,0	28	17	264

Figure 2.30 Béton B3 – Détermination du facteur d'espacement selon ASTM C457

Ces résultats peuvent apparaître assez dispersés avec une moyenne de 190 μm et un coefficient de variation de 33%. Mais ce coefficient de variation est cohérent avec les incertitudes présentées dans la section 1.4.2.2. On note toutefois un L<sub>barre</sub> significativement plus faible pour les deux mesures évaluées par l'opérateur B.

#### 2.3.2.3.3 Sensibilité au gel des granulats (gravillons 4/11,2 et 11,2/22,4)

Les gravillons de la formule B3 ont été testés selon deux essais performantiels de sensibilité au gel NF EN 1367-1 (dans l'eau) et NF N 1367-6 (dans une solution à 3% de NaCl). Ces essais soumettent les coupures tamisées à 10 cycles de gel-dégel (durée 24 h,  $\theta_{\max} = 20^{\circ}\text{C}$  et  $\theta_{\min} = -17,5^{\circ}\text{C}$ ). La mesure en fin d'essai évalue le pourcentage de fragmentation (F) des granulats relativement à la masse initiale. Il doit rester inférieur à 2.

Les résultats de la sensibilité au gel, en présence de sels ou non, des coupures 4-11,2 et 11,2-22,4 mm sont donnés dans le tableau de la Figure 2.31. Ces granulats respectent le critère de perte de masse inférieur à 2%. Cependant la méthode d'analyse de l'essai ne rend pas compte du fractionnement total des granulats en fin d'essai.

Pourcentage de perte de masse après 10 cycles de gel-dégel		
	NF EN 1367-1 (eau déminéralisée)	NF EN 1367-6 (solution à 3% de NaCl)
Coupure 4-11,2 mm (Tamis pour le refus 2 mm)	F = 0,1%	F = 0,8%
Coupure 11,2-22,4 mm (tamis pour le refus 6 mm)	F = 0,2%	F = 1,4%

Figure 2.31 Béton B3 - Sensibilité au gel des granulats

Malgré le faible nombre de cycles appliqués lors des essais NF EN 1367-1 et NF N 1367-6 certains granulats de gros diamètre présentent une sensibilité au gel. Comme illustré dans les photos de la Figure 2.32, cette sensibilité est plus importante en présence de NaCl. La faible résistance de certains granulats s'observe aussi lors d'essais d'écaillage (voir Figure 3.32).



Figure 2.32 Fractionnement au gel des granules dans l'eau (à droite) et dans une solution à 3% de NaCl (à gauche)

#### 2.3.2.3.4 Sensibilité au gel des sables

Il n'existe pas d'essai de performance permettant de qualifier la résistance au gel des sables. Aussi, nous avons suivi la procédure suivante pour qualifier les sables :

- analyse granulométrique selon la norme (NF EN 933-1) sur un échantillon (masse > 1 kg),
- saturation à l'eau pendant 24 h,
- application de 10 cycles de gel-dégel (cycles conformes à la NF EN 1367-1) dans de l'eau déminéralisée (ou dans une solution à 3% de NaCl),
- analyse granulométrique après exposition aux cycles de gel-dégel.

Cette procédure a été appliquée sur un échantillon de sable de la campagne d'essai ainsi que sur le sable de référence CEN à des fins de comparaison et d'utilisation future.

Les résultats obtenus quant à l'évolution de la granulométrie du sable 0/4 employé pour la formule B3 sont donnés dans la Figure 2.33 pour une exposition à l'eau et dans la Figure 2.34 pour une exposition à une solution de 3% de NaCl. Ce sable présente une fragmentation pour les coupures inférieures à 2 mm bien que l'exposition soit limitée à 10 cycles.

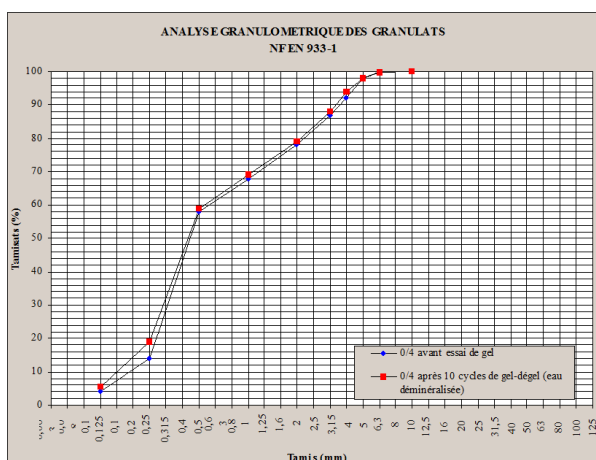


Figure 2.33 Évolution de la granulométrie du sable 0/4 semi-concassé de la formule B3 après 10 cycles de gel-dégel dans l'eau

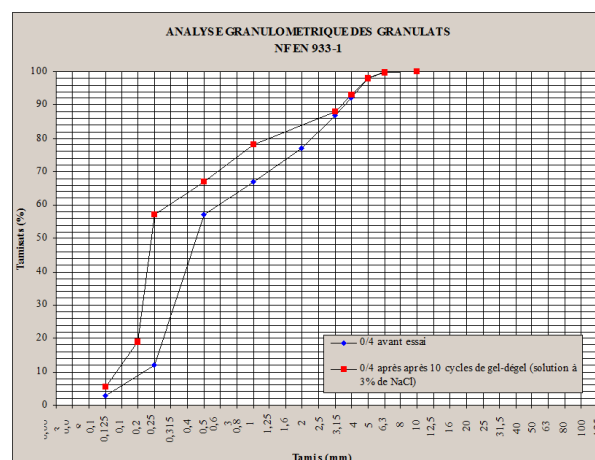


Figure 2.34 Évolution de la granulométrie du sable 0/4 semi-concassé de la formule B3 après 10 cycles de gel-dégel dans une solution à 3% de NaCl

Les résultats obtenus pour le sable CEN sont présentés dans la Figure 2.35 pour une exposition à l'eau et la Figure 2.36 pour une exposition à une solution contenant 3% de NaCl. Ce sable ne présente qu'une très faible sensibilité pour une exposition à 10 cycles de gel-dégel en présence de sels. Ce sable est employé pour l'ensemble des essais réalisés sur mortier dans la section 2.4.

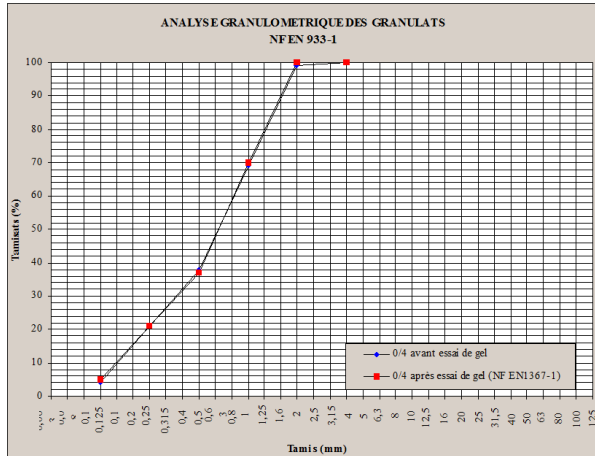


Figure 2.35 Évolution de la granulométrie du sable normalisé (CEN) après 10 cycles de gel-dégel dans l'eau

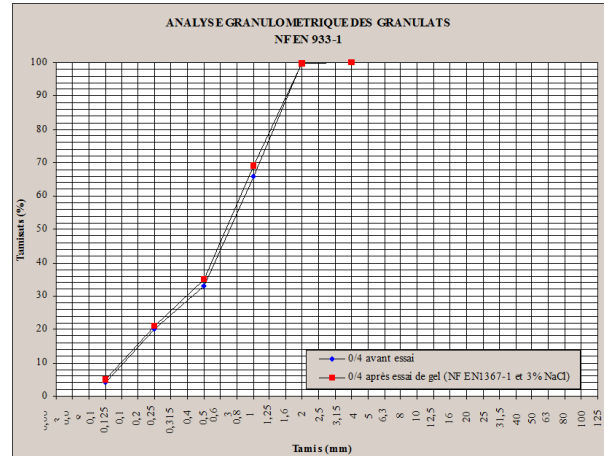


Figure 2.36 Évolution de la granulométrie du sable normalisé CEN après 10 cycles de gel-dégel dans une solution à 3% de NaCl

### 2.3.3 REPETABILITE DE L'ESSAI NORMALISE D'ECAILLAGE

#### 2.3.3.1 Synthèse des résultats d'essais d'écaillage sur béton à 56 cycles et 3% de NaCl

Les essais d'écaillage sont réalisés suivant la norme XP P18-420. Les corps d'épreuve sont groupés par 4 lors de la fabrication pour former un essai. La Figure 2.37 présente la moyenne des résultats d'essais pour chaque formule de béton calculée selon la médiane de 4 résultats individuels. Le béton B1 est, comme attendu, faiblement résistant à l'écaillage avec une moyenne des 6 résultats d'essais de 2882 g/m<sup>2</sup>. Les bétons B2 et B3 sont très résistants à l'écaillage. Les résultats d'essais calculés selon la moyenne des 4 résultats individuels composant un essai sont sensiblement identiques en terme de moyenne mais également de coefficient de variation des résultats d'essais.

Résultats d'essais d'écaillage (4 corps d'épreuve)			
	Béton B1	Béton B2	Béton B3
nombre d'essais	6	4	4
$\mu_{\text{médiane}}$ (g/m <sup>2</sup> )	2882	172	72
$\sigma_{\text{médiane}}/\mu_{\text{médiane}}$	41%	12%	13%

Figure 2.37 Moyenne des résultats d'essais selon la médiane à 56 cycles et 3% de NaCl

La moyenne et le coefficient de variation des résultats d'écaillage individuels pour les bétons B1, B2 et B3 sont présentés dans la Figure 2.66. Le coefficient de variation est très élevé pour les 3 formules de béton, ce qui traduit une forte dispersion quelle que soit la valeur moyenne de l'écaillage. Par contre, le coefficient de variation de 4 résultats d'essais calculés selon la médiane est faible avec une valeur de 12 et 13% pour les formules B2 et B3. Cette faible valeur est la conséquence d'un faible échantillonnage favorable mais ne traduit pas une faible dispersion. La dispersion est qualifiée sur 16 résultats individuels qui permettent de calculer un coefficient de variation élevé avec une valeur de 42% pour le béton B2 et 60% pour le béton B3 (cf. Figure 2.66).

Le coefficient de variation des 24 résultats individuels du béton B1 présente une valeur très élevée lors des premiers cycles (supérieure à 350%) puis diminue fortement jusqu'à 59% à 56 cycles. Pour le béton B2, ce coefficient est plus faible au démarrage de l'essai (90% à 14 cycles), il diminue jusqu'à 42% à 56 cycles. Enfin, pour la formule B3, ce coefficient reste compris entre 50 et 60%.

Le résultat d'essai d'écaillage est dispersé et présente un coefficient de variation d'un ordre de grandeur de 50% pour l'ensemble des formules de béton testées, qui représentent des gammes de bétons allant de très résistants à faiblement résistants à l'écaillage.

#### 2.3.3.2 Résultats quantitatifs de la formule de béton B1

Les caractérisations sur béton frais et béton durci ont permis d'établir que les trois fabrications de la formule B1 peuvent être considérées comme homogènes. Aussi, les résultats d'écaillage sont présentés avec la totalité des éprouvettes ayant subi 56 cycles normalisés de gel-dégel avec une solution en surface dosée à 3% de NaCl.

Les résultats d'essais sont présentés conformément à la norme XF P18-420 avec la médiane de 4 résultats individuels après 56 cycles de gel-dégel (cf. Figure 2.38) et selon la moyenne de 4 résultats individuels (cf. Figure 2.39).



Formule B1 - Résultats d'essais à 56 cycles et 3% de NaCl						
Gâchée	B1-1	B1-2				B1-3
n°essai	3175	3177	3178	3179	3180	3184
Médiane (g/m <sup>2</sup> )	3804	1207	2380	3465	2129	4303
$\mu$ (g/m <sup>2</sup> )	3955	1341	2628	3375	2767	4484
$\sigma/\mu$	31%	37%	44%	18%	61%	11%

Figure 2.38 Béton B1 – Résultats d'essais (4 corps d'épreuve) à 56 cycles et 3% de NaCl

Les médianes de 4 résultats individuels présentent une moyenne  $\mu_{\text{médiane}} = 2882 \text{ g/m}^2$ , ce qui est conforme aux résultats attendus. Cependant, ces médianes de 4 résultats individuels présentent une amplitude élevée de 1207 à 4303 g/m<sup>2</sup> et un rapport de 3,5 entre ces deux valeurs extrêmes. Par conséquent, les caractéristiques de la dispersion sont élevées avec un coefficient de variation  $\sigma_{\text{médiane}}/\mu_{\text{médiane}} = 41\%$  (cf. Figure 2.37 et Figure 2.39 graphe de gauche).

Les moyennes de 4 résultats individuels présentent une moyenne plus élevée  $\mu_{\text{moy.}} = 3090 \text{ g/m}^2$ . Bien qu'il soit légèrement plus faible, le coefficient de variation est du même ordre de grandeur  $\sigma_{\text{moy.}}/\mu_{\text{moy.}} = 36\%$  (voir Figure 2.39, graphe de droite).

La dispersion entre les quatre résultats composant un même essai est également importante avec un coefficient de variation compris entre 11% et 61% pour les 6 essais (cf. Figure 2.38).

Comme présenté dans la Figure 2.39, pour chaque série de 4 corps d'épreuve, le résultat d'essai présente le même ordre de grandeur qu'il soit examiné en terme de médiane ou de moyenne. Dans les deux cas, la dispersion est élevée et le coefficient de variation est de l'ordre de 40% à 56 cycles.

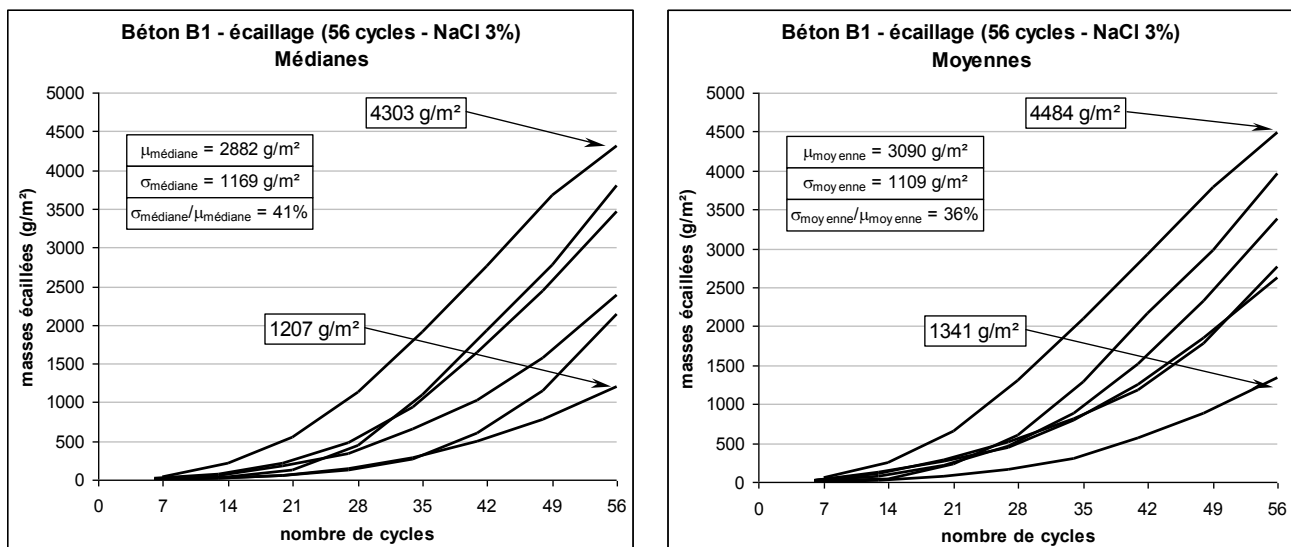


Figure 2.39 Formule B1 - Résultats d'écaillage (médianes et moyennes de 4 résultats individuels)

Pour l'ensemble des résultats individuels présentés dans la Figure 2.40, l'écaillage est compris entre 927 g/m<sup>2</sup> et 5254 g/m<sup>2</sup>. Le rapport entre les valeurs extrêmes est égal à 5,6. Le coefficient de variation des 24 résultats individuels évolue de plus de 300% à 7 cycles pour une valeur de 59% à 56 cycles, ce qui traduit une forte dispersion.

Le résultat des 24 mesures calculé selon la médiane est égal à 3006 g/m<sup>2</sup> ce qui est légèrement plus faible que la valeur moyenne égale à 3090 g/m<sup>2</sup>.

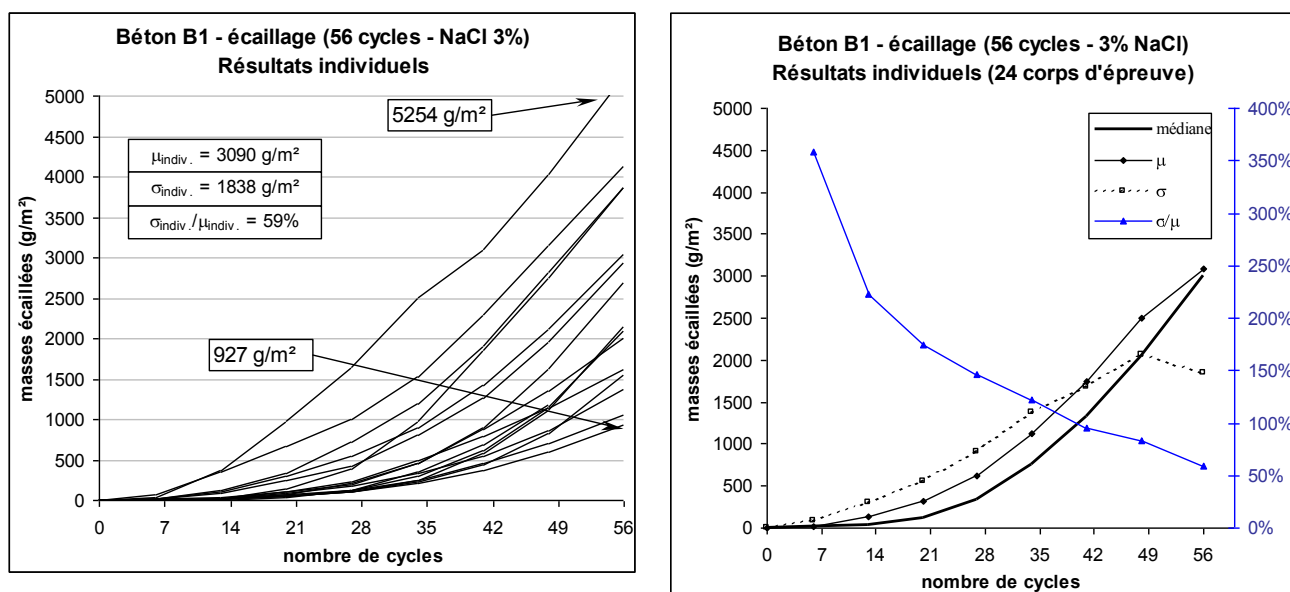


Figure 2.40 Formule B1 – Résultats individuels (24 corps d’épreuve) au cours des cycles

### 2.3.3.3 Résultats quantitatifs de la formule de béton B2

Les séries de 4 corps d’épreuve ont été regroupées dans l’ordre de fabrication. Les résultats d’essais présentés selon la norme XP P18-420 (médiane des 4 résultats individuels) et selon la moyenne de 4 résultats individuels sont groupés dans la Figure 2.41 et dans la Figure 2.42.

Ces résultats sont représentatifs d’un béton résistant à l’écaillage. Les valeurs médianes sont comprises entre 153 et 199 g/m<sup>2</sup>, elles présentent un rapport de 1,3 entre les deux valeurs extrêmes. La moyenne des valeurs médianes est de  $\mu_{\text{médiane}} = 172 \text{ g/m}^2$  et le coefficient de variation est faible  $\sigma_{\text{médiane}}/\mu_{\text{médiane}} = 12\%$ .

Formule B2 - Résultats d’essais à 56 cycles et 3% de NaCl				
n°essai	3226	3227	3228	3229
Médiane (g/m <sup>2</sup> )	153	163	199	170
$\mu$ (g/m <sup>2</sup> )	178	158	189	165
$\sigma/\mu$	37%	49%	59%	29%

Figure 2.41 Béton B2 – Résultats d’essais (4 corps d’épreuve) à 56 cycles et 3% de NaCl

La dispersion des 4 résultats individuels au sein d’un même essai reste élevée avec des valeurs comprises entre 29 et 59% pour les 4 essais

Comme pour la formule B1, les résultats présentés en terme de moyenne de 4 résultats individuels sont sensiblement identiques.

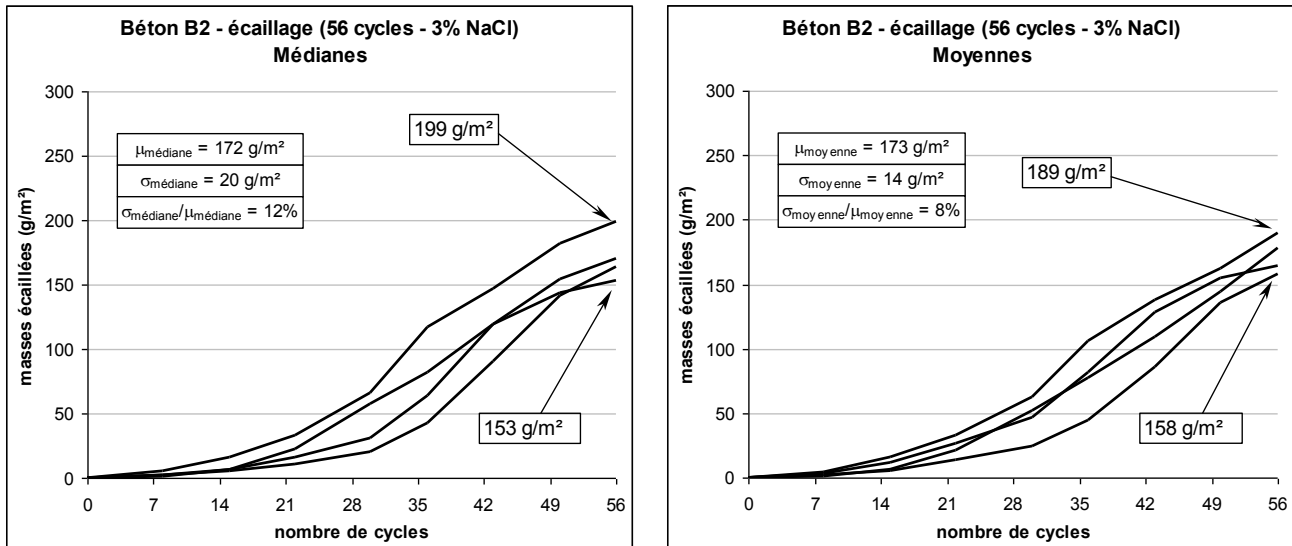


Figure 2.42 Formule B2 - Résultats d'écaillage (médianes et moyennes de 4 résultats individuels)

L'évolution des résultats individuels est présentée dans la Figure 2.43. Pour l'ensemble des résultats individuels, l'écaillage est compris entre 55 et 305 g/m<sup>2</sup>. Le rapport entre ces valeurs extrêmes est égal à 5,5. Le coefficient de variation pour les 16 résultats individuels est égal à 89% à 15 cycles, et à 42% à 56 cycles.

Ainsi, les résultats médians ou moyens de quatre résultats individuels présentent un faible coefficient de variation. Cela ne traduit pas une faible dispersion du résultat d'essai mais plutôt une répartition homogène de 4 résultats dispersés puisque le coefficient de variation au sein de chaque essai est compris entre 29% et 59%.

Le résultat des 16 mesures calculé selon la médiane est égal à 153 g/m<sup>2</sup> ce qui est plus faible que la valeur moyenne égale à 172 g/m<sup>2</sup>.

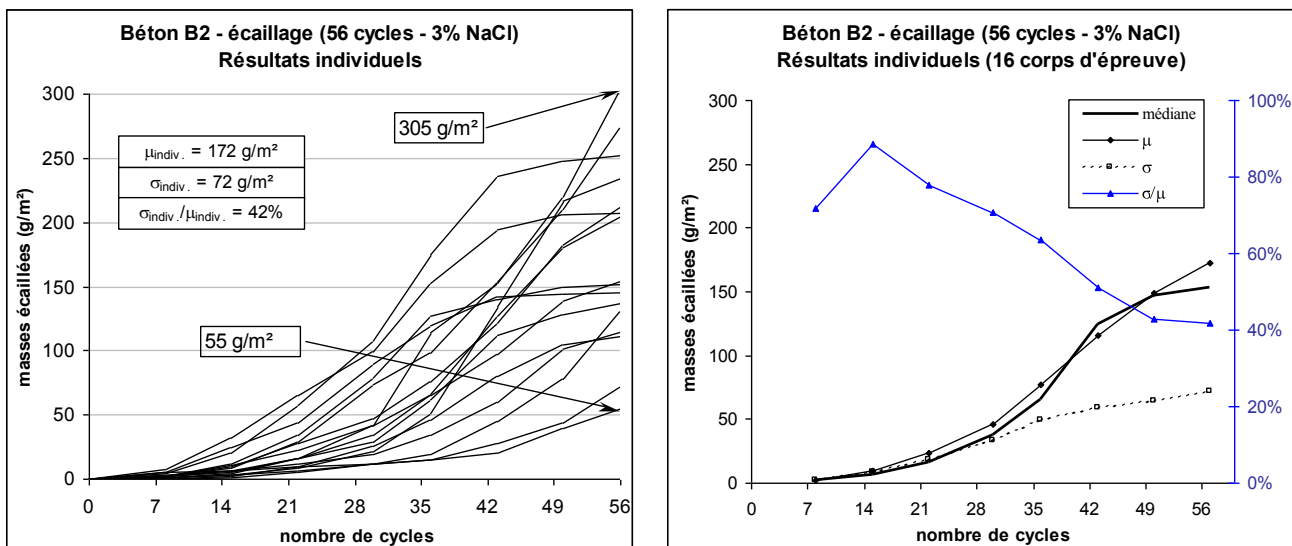


Figure 2.43 Béton B2 – Résultats individuels au cours des cycles (16 corps d'épreuve)

### 2.3.3.4 Résultats quantitatifs de la formule de béton B3

Les séries ont été constituées avec 4 corps d'épreuve fabriqués consécutivement. Quatre séries sont soumises à la même condition d'exposition (% de NaCl dans la solution de surface). Ces 4 séries sont réparties sur l'ensemble de la gâchée afin de représenter la totalité de la fabrication des 110 corps d'épreuve (lotissement détaillé en Annexe 8). Les résultats d'essais réalisés et présentés selon la norme XP P18-420 (médiane des 4 résultats individuels) et selon la moyenne de 4 résultats individuels sont groupés dans la Figure 2.44 et dans la Figure 2.45.

Formule B3 - Résultats d'essais à 56 cycles et 3% de NaCl				
n°essai	3302	3309	3316	3323
Médiane (g/m <sup>2</sup> )	84	76	61	69
$\mu$ (g/m <sup>2</sup> )	74	96	64	70
$\sigma/\mu$	47%	65%	82%	58%

Figure 2.44 Béton B3 – Résultats d'essais (4 corps d'épreuve) à 56 cycles et 3% de NaCl

Ces résultats sont représentatifs d'un béton très résistant à l'écaillage. Les valeurs médianes sont comprises entre 61 et 84 g/m<sup>2</sup> et présentent un facteur de 1,4 entre ces deux valeurs extrêmes. La dispersion au sein d'un même essai est très élevée avec un coefficient de variation compris entre 47 et 82% pour les 4 résultats individuels d'un même essai. La moyenne des 4 valeurs médianes est de  $\mu_{\text{médiane}} = 72 \text{ g/m}^2$  et le coefficient de variation est faible  $\sigma_{\text{médiane}}/\mu_{\text{médiane}} = 13\%$ .

Les résultats présentés en terme de moyenne de 4 résultats individuels sont globalement identiques. De manière identique à B2, la faible dispersion apparente des résultats médians ou moyens avec des coefficients de variation de 13 et 8% ne traduit pas une réelle dispersion puisque  $\sigma_{\text{indiv.}}/\mu_{\text{indiv.}} = 42\%$  et le coefficient de variation des 4 résultats composant un essai est compris entre 47 et 82%.

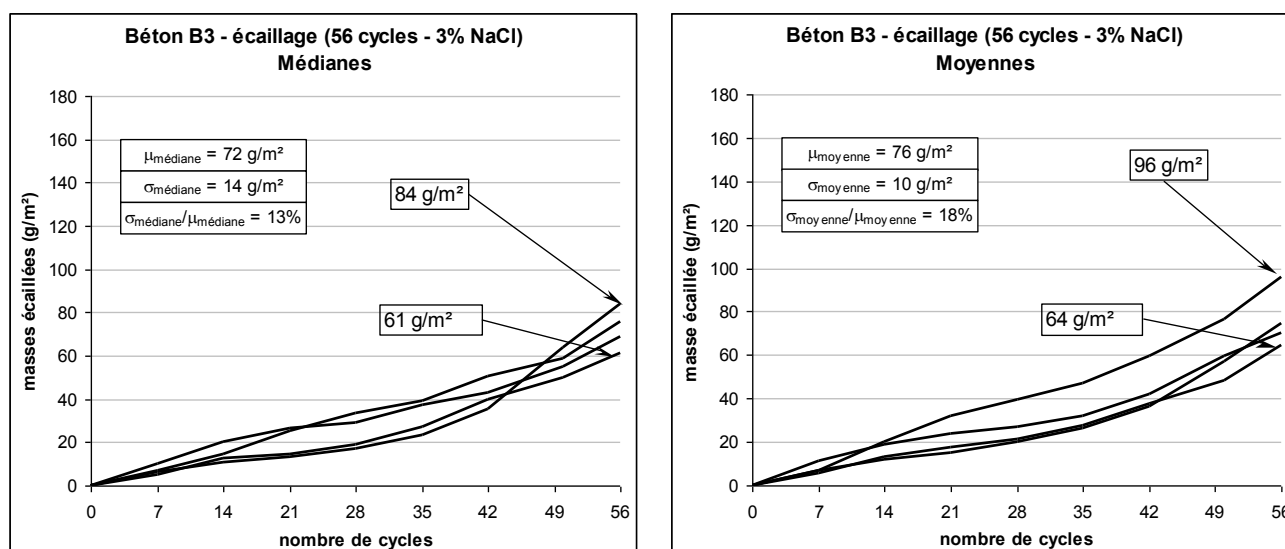


Figure 2.45 Formule B3 - Résultats d'écaillage (médianes et moyennes de 4 résultats individuels)

Pour l'ensemble des résultats individuels, l'écaillage est compris entre 13 et 185 g/m<sup>2</sup>. Le rapport entre ces valeurs extrêmes est égal à 14,2. L'évolution de ces résultats est présentée dans la Figure 2.46. Le coefficient de variation pour les 16 résultats individuels est stable avec une valeur comprise entre 50 et 60% jusqu'à 56 cycles.

Le résultat des 16 mesures calculé selon la médiane est égal à 75 g/m<sup>2</sup> ce qui est sensiblement identique à la valeur moyenne égale à 76 g/m<sup>2</sup>.

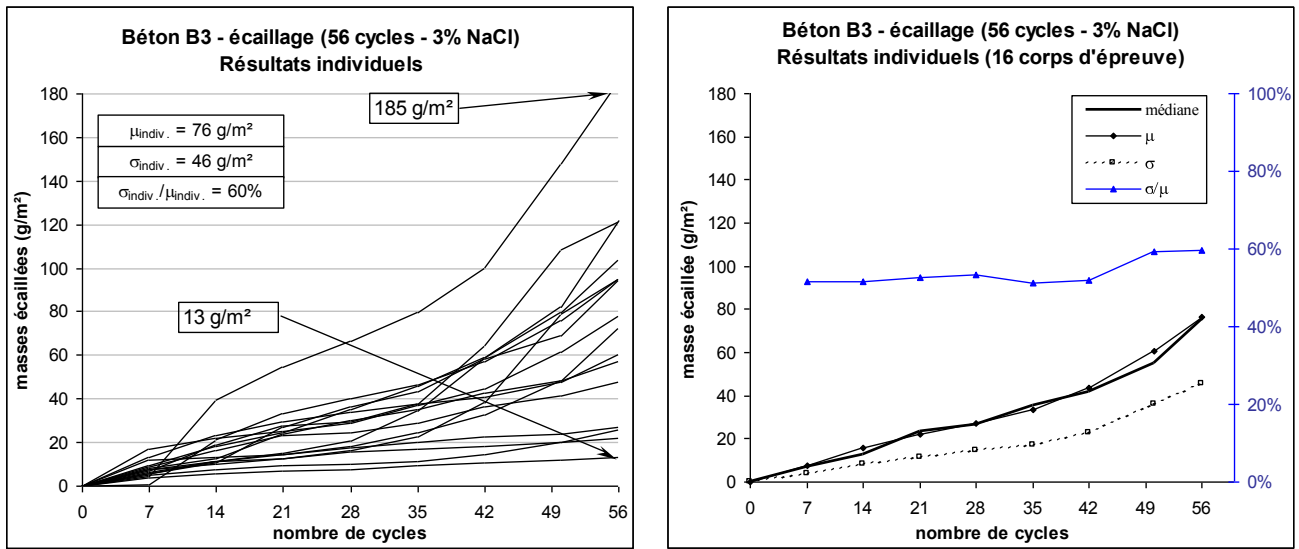


Figure 2.46 Béton B3 – Résultats individuels au cours des cycles (16 corps d'épreuve)

### 2.3.4 RESULTATS D'ÉCAILLAGE SUR BETON EXPOSÉ A DES SOLUTIONS CONTENANT DIFFÉRENTES CONCENTRATIONS DE NaCl

#### 2.3.4.1 Résultat d'écaillage de la formule B1 à 56 cycles et de 0 à 6% de NaCl

Quatre corps d'épreuve par série, fabriqués depuis la formule B1, ont subi un essai d'écaillage avec une exposition à 0-1,5-3-4,5 et 6% de NaCl dans la solution de surface. L'évolution de la médiane des 4 résultats individuels au cours des cycles est représentée dans la Figure 2.47. La progression des valeurs d'écaillage n'est pas linéaire et présente une forte augmentation entre le 28<sup>ème</sup> et le 35<sup>ème</sup> cycle.

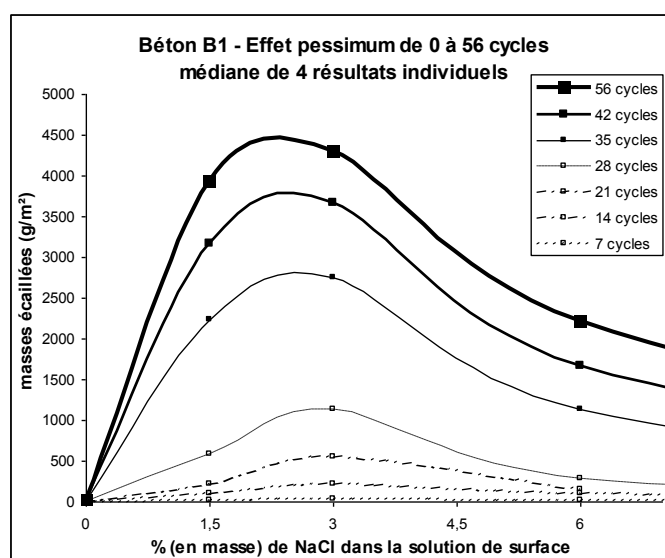


Figure 2.47 Béton B1 - Évolution de l'écaillage de 0 à 56 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface

Les résultats de ces 4 essais, présentés sous forme de médiane ou de moyenne des 4 résultats individuels composant l'essai, sont reportés dans la Figure 2.48.

Béton B1 – Résultat d'écaillage de 4 corps d'épreuve				
n°essai	3182	3183	3184	3185
% de NaCl	0,0	1,5	3,0	6,0
Médiane (g/m <sup>2</sup> )	17	3940	4303	2217
$\mu$ (g/m <sup>2</sup> )	23	4133	4484	2058
$\sigma/\mu$	62%	26%	11%	66%

Figure 2.48 Béton B1 – Médiane et moyenne de 4 résultats individuels d'écaillage à 56 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface

Les résultats d'essais (médiane ou moyenne) présentent un écaillage très faible pour une exposition à 0% de NaCl et un maximum de masses écaillées pour une exposition à 3% de NaCl. La dispersion des 4 résultats individuels au sein d'un même essai est très variable et le coefficient de variation compris entre 11 et 62%. On notera cependant que pour les essais à 3% de NaCl, ce coefficient de variation n'est pas représentatif et peut atteindre 61% pour un essai similaire (voir Figure 2.38). Les résultats issus de l'essai de répétabilité sur la formule de béton B1 sont présentés dans la section 2.3.3.2.

Ces résultats de répétabilité permettent de déterminer avec un intervalle de confiance à 90% (fractile inférieur et fractile supérieur de 5% selon Student) les incertitudes pour 24 et 4 résultats individuels :

- 24 résultats individuels (section 2.3.3.2) :  $\mu_{\text{indiv.}} = 3090 \pm 3145 \text{ g/m}^2$ ,
- 4 résultats individuels (essai n°3184, Figure 2.48) :  $\mu_{\text{indiv.}} = 4484 \pm 1037 \text{ g/m}^2$ .

Ce résultat indique la faible représentativité de 4 corps d'épreuve pour l'essai d'écaillage au regard de la dispersion obtenue pour la prise en compte de 24 résultats d'essais individuels. Ce défaut de représentativité par 4 corps d'épreuve qualifié pour une exposition à une solution contenant 3% de NaCl existe potentiellement pour l'exposition à des solutions contenant d'autres concentrations de NaCl. C'est la raison pour laquelle l'effet pessimum a été évalué avec 16 corps d'épreuve par % de NaCl dans la solution de surface, pour la formulation B3.

#### 2.3.4.2 Résultat d'écaillage de la formule B3 à 56 cycles et de 0 à 7% de NaCl

Les résultats d'essais de la formule B3 sur la variation de % de NaCl dans la solution de surface confirment l'effet pessimum mais présentent une forte incertitude car à l'exception de l'exposition à 3% de NaCl, ils ont été réalisés avec 4 corps d'épreuve par séries.

16 corps d'épreuve par série, fabriqués depuis la formule B3, ont subi un essai d'écaillage avec une exposition à 0-1-2-3-4-5 et 7% de NaCl dans la solution de surface. L'évolution de la médiane des 16 résultats individuels est représentée dans la Figure 2.49. La progression des valeurs n'est pas homogène suivant la concentration de NaCl présent dans la solution de surface et n'est pas linéaire au sein d'une même concentration de NaCl.

On note en particulier un écaillage presque nul lorsque les corps d'épreuve sont exposés à de l'eau déminéralisée. Malgré une valeur plus faible à 4% qu'à 5% de NaCl, la courbe de la Figure 2.49 laisse globalement apparaître un effet pessimum qui peut se situer entre 1 et 3%.

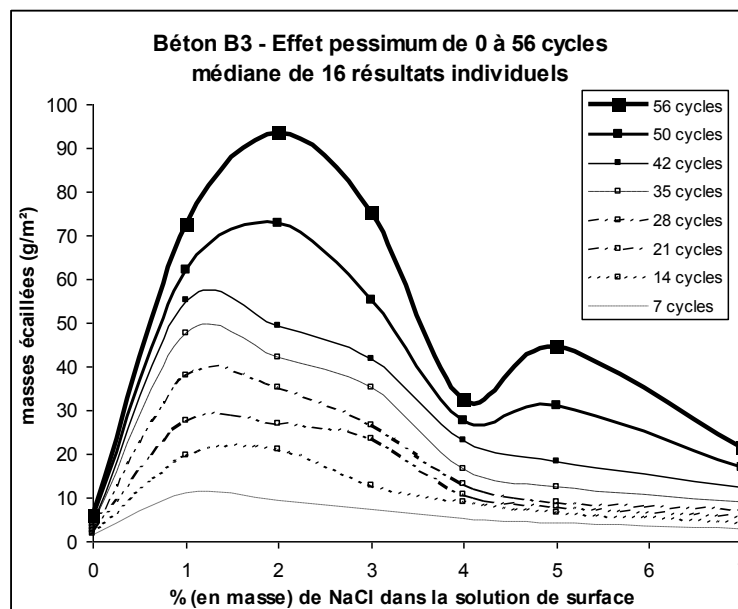


Figure 2.49 Béton B3 - Évolution de l'écaillage de 0 à 56 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface

Le tableau de la Figure 2.50 présente les résultats d'essais sous la forme de médiane ou de moyenne. Dans les deux cas, le maximum de masses écaillées se situe entre 1 et 3% de NaCl. La dispersion des 16 résultats individuels au sein d'un même essai est du même ordre de grandeur pour toutes les concentrations de NaCl. Le coefficient de variation est compris entre 37 et 80% pour l'ensemble des concentrations de NaCl contenues dans la solution de surface.

Béton B3 – Résultat d'écaillage de 16 corps d'épreuve							
% NaCl	0%	1%	2%	3%	4%	5%	7%
médiane (g/m <sup>2</sup> )	6	72	94	75	32	44	21
$\mu_{\text{indiv.}}$ (g/m <sup>2</sup> )	7	75	111	76	40	63	26
$\sigma_{\text{indiv.}}/\mu_{\text{indiv.}}$	37%	47%	57%	60%	61%	80%	56%

Figure 2.50 Béton B3 – Résultat d'écaillage à 56 cycles en fonction du % (en masse) NaCl dans la solution de surface

### 2.3.4.3 Résultat d'écaillage de la formule B3 à 302 cycles et de 0 à 7% de NaCl

Pour des raisons matérielles, la totalité des 110 essais n'a pas pu être poursuivi, mais 4 corps d'épreuve par concentration de NaCl ont été menés jusqu'à 302 cycles. Une panne et la réparation de l'enceinte climatique ont engendré des interruptions. Pour réaliser 18 cycles (du 111 au 119<sup>ème</sup> cycle), 2,5 mois ont été nécessaires.

L'évolution des médianes de 4 corps d'épreuve par concentration de NaCl dans la solution de surface est reportée sur les graphes de la Figure 2.51. A 302 cycles, on constate de manière identique au paragraphe précédent (section 2.3.4.2) que :

- l'écaillage reste très faible lorsque les corps d'épreuve sont exposés à de l'eau déminéralisée,
- la valeur d'écaillage est plus faible pour une exposition à 4% de NaCl qu'à 5% de NaCl,
- la courbe laisse apparaître globalement un effet pessimum qui peut se situer entre 2 et 3%.

Bien que les valeurs soient supérieures de presque un ordre de grandeur (x10), le graphe de gauche de la Figure 2.51 présentant l'effet pessimum à 302 cycles avec 4 corps d'épreuve par concentration de NaCl est similaire à la courbe de la Figure 2.49 qui le présente à 56 cycles avec 16 corps d'épreuve par concentration de NaCl.

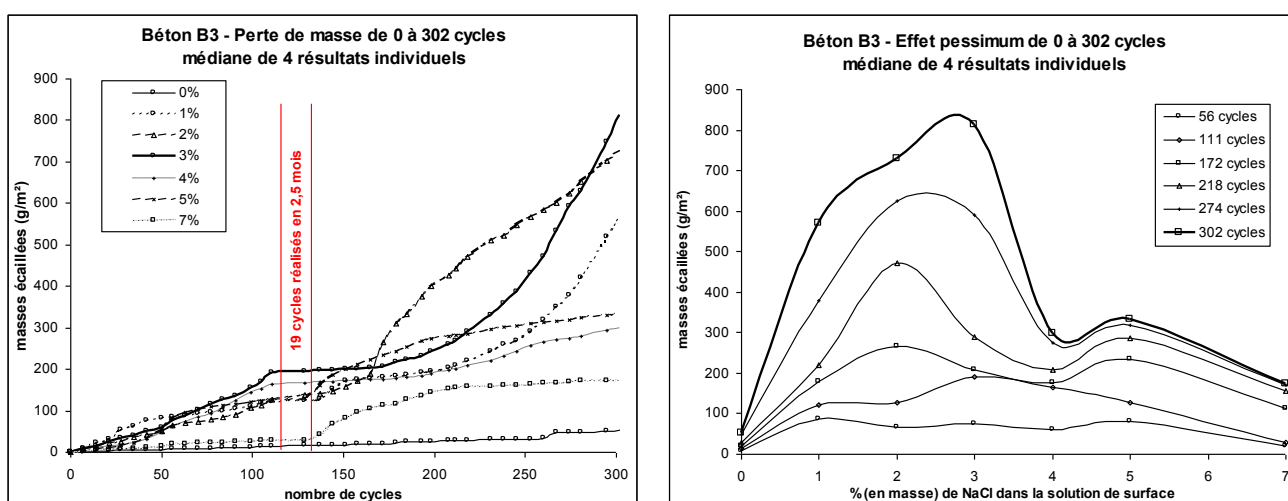


Figure 2.51 Béton B3 – Évolution de l'écaillage de 0 à 302 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface



Béton B3 - Résultats d'écaillage de 4 corps d'épreuve								
	% NaCl	0%	1%	2%	3%	4%	5%	7%
	n°essai	3306	3307	3308	3309	3310	3311	3312
56 cycles	Médiane (g/m <sup>2</sup> )	8	86	66	76	61	81	19
	$\mu$ (g/m <sup>2</sup> )	8	88	104	96	56	114	20
	$\sigma/\mu$	38%	10%	90%	65%	46%	67%	29%
302 cycles	médiane (g/m <sup>2</sup> )	52	570	729	813	299	333	175
	$\mu$ (g/m <sup>2</sup> )	54	952	717	1233	288	549	174
	$\sigma/\mu$	38%	120%	90%	86%	52%	108%	25%

**Figure 2.52 Béton B3 – Résultat d'écaillage de 4 corps d'épreuve à 56 et 302 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface**

Les valeurs des 4 résultats individuels (médiane et moyenne) à 56 et 302 cycles sont reportées dans le tableau de la Figure 2.52. Le coefficient de variation aux différentes concentrations de NaCl est compris entre 10 et 90% à 56 cycles et 25 à 120% à 302 cycles. Dans le cas de cette formule de béton et pour l'ensemble des concentrations concernées, le coefficient de variation de 4 résultats individuels d'écaillage n'est pas amélioré malgré l'augmentation de 56 à 302 du nombre de cycles.

### 2.3.5 PENETRATION DES IONS CHLORURE AU COURS DE L'ESSAI D'ÉCAILLAGE

Afin de qualifier et quantifier la pénétration des ions chlorure dans le béton, les résultats ont été obtenus par :

- l'essai colorimétrique [Méthodes d'essai n°58, 2002] qui permet d'évaluer la présence de chlorures dans la solution interstitielle au-delà d'un seuil de concentration,
- la méthode d'extraction-dosages [AFPC-AFREM, 1997] qui permet de déterminer les profils de concentration des chlorures libres et totaux depuis la surface exposée aux chlorures.

Les précisions sur la réalisation de ces essais sont portées en Annexe 9.

L'essai colorimétrique a été réalisé sur la totalité des éprouvettes de la formule de béton B1 et sur 2x7 essais de la formule de béton B3 pour caractériser 1 essai (4 corps d'épreuve) exposé à 0-1-2-3-4-5 et 7% de NaCl dans la solution de surface, aux échéances de 56 et 302 cycles de gel-dégel. Pour chaque essai d'écaillage (4 éprouvettes) de la formule de béton B1, les dosages de concentration en chlorures libres et totaux ont été réalisés sur une éprouvette. L'éprouvette retenue n'est pas une éprouvette donnant une valeur extrême pour la masse écaillée.

#### 2.3.5.1 Identification du front de pénétration des ions chlorure par colorimétrie

L'essai colorimétrique révèle le front de pénétration pour un seuil de concentration de chlorures libres de 10 mmol/l dans la phase interstitielle du béton.

Les résultats d'essais (front de pénétration et écaillage) de la formule de béton B1 sont portés dans la Figure 2.53. Pour une lecture détaillée des valeurs, se reporter à l'Annexe 11. On constate dans ce graphe que la profondeur du front de pénétration est croissante avec le nombre de cycles appliqués. La hauteur moyenne du front de pénétration passe respectivement de 5,4-7,1-8,6 à 11,4 mm pour une échéance respective de 14-28-42 et 56 cycles.

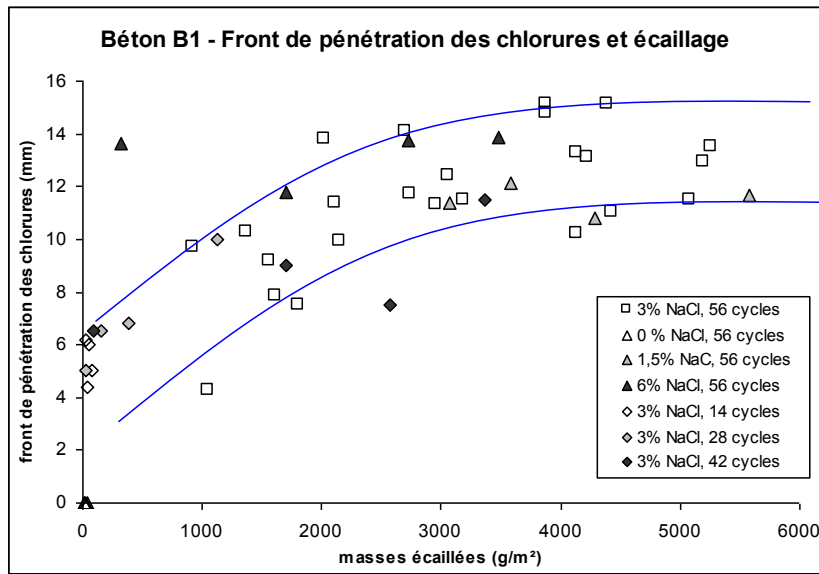
La profondeur révélée par colorimétrie à 56 cycles en présence d'une solution contenant 3% de NaCl a une valeur moyenne de 11,4 mm et un coefficient de variation de 23% (prise en compte de 24 corps d'épreuve). Ce coefficient de variation est relativement élevé au regard de la dispersion obtenue lors de la réalisation d'essais de pénétration des ions chlorure hors cycles de gel-dégel.

A l'exception d'une exposition à l'eau déminéralisée, les hauteurs extrêmes de pénétration des ions chlorure, toutes expositions prises en compte, sont de 4,3 et de 15,1 mm, ces valeurs sont obtenues pour des essais à 3% de NaCl et 56 cycles.

Pour l'ensemble des valeurs obtenues lors des essais à 3% de NaCl et 56 cycles, les résultats individuels d'écaillage des 24 corps d'épreuve sont présentés dans la section 2.3.3.2. Le report de ces valeurs sur la Figure 2.53 fait apparaître un fuseau encadrant les résultats concomitants des masses écaillées et des fronts de pénétration des ions chlorure. Ce fuseau présente une largeur de 3 à 4 cm sur la hauteur du front de pénétration et il est légèrement ascendant avec la quantité de masse écaillée.

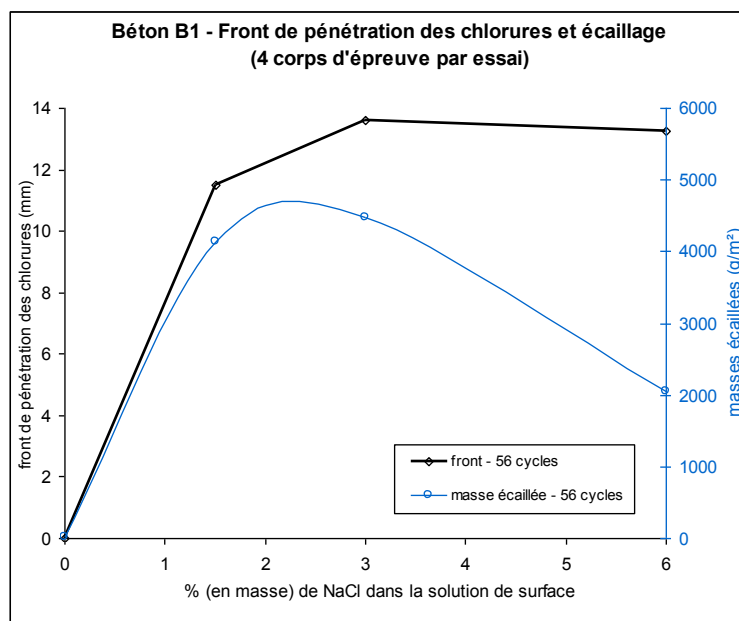
Cette largeur de fuseau peut trouver deux explications. D'une part, la limite de la représentativité de la méthode d'évaluation du front de pénétration des ions chlorure qui se réalise sur une section verticale (passage 2D à 3D). D'autre part, l'observation d'une forte hauteur du front de pénétration localisée sous une dégradation importante par écaillage (voir Annexe 9 et en particulier la Figure

A. 51 et la Figure A. 52) et l'aspect localisé et dispersé de l'apparition de l'écaillage (voir section 3.2.4.2.2 et la série de photos de la Figure 3.29).



**Figure 2.53 Béton B1 – Front de pénétration et écaillage pour différentes expositions (concentration de NaCl dans la solution de surface et nombre de cycles)**

Les corps d'épreuve soumis à l'exposition d'une solution d'eau déminéralisée et à 56 cycles ne présentent pas de chlorures détectables par cette méthode d'essai. La moyenne de la hauteur du front de pénétration de quatre éprouvettes exposées à une solution à 1,5 % de NaCl (respectivement 6%) est de 11,5 mm (respectivement 13,6 mm). Ainsi, la hauteur du front de pénétration augmente faiblement avec une concentration de NaCl supérieure à 1,5% contenu dans la solution d'exposition alors que l'écaillage diminue (effet pessimum, voir section 2.3.4.1 pour la formule de béton B1). Les résultats du front de pénétration du béton B1 sont présentés dans la Figure 2.54 et ceux du béton B3 dans la Figure 3.26. Ces graphes présentent simultanément le front de pénétration des chlorures et la quantité de masse écaillée.



**Figure 2.54 Béton B1 – Front de pénétration des ions chlorure et effet pessimum à une échéance de 56 cycles**

### 2.3.5.2 Profils de teneur en chlorures par extraction-dosage

Les profils de teneur en chlorures ont été réalisés selon la procédure détaillée en Annexe 9 et les résultats complets sont reportés en Annexe 11.

Les profils obtenus pour les 6 corps d'épreuve de la formule B1 exposés à 56 cycles et 3% de NaCl dans la solution de surface, sont reportés dans la Figure 2.55. Pour plus de lisibilité, seuls les profils de chlorures totaux sont présentés sur ce graphe. Les valeurs traduisent une certaine dispersion des résultats liés à la méthode d'extraction par sciage et à la présence des granulats, mais permettent d'obtenir une tendance avec un profil moyen pour les teneurs en chlorures libres et totaux. La valeur moyenne de la teneur en chlorures totaux (respectivement libres) proche de la surface est de 0,14% (respectivement 0,11%). Le coefficient de variation associé à ce calcul est élevé 40% (respectivement 37%).

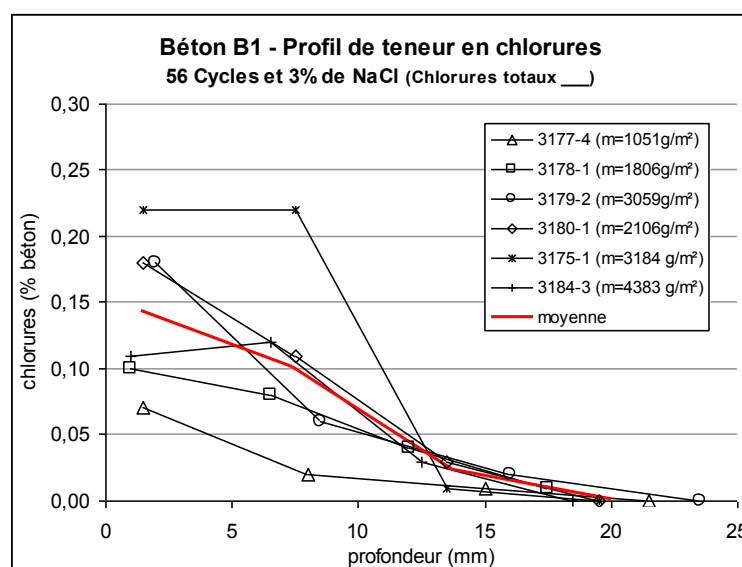


Figure 2.55 Profil de teneur en chlorures totaux à 56 cycles et 3% de NaCl

Les teneurs en chlorures totaux proches de la surface en fonction de la quantité de masses écaillées sont présentées dans la Figure 3.27. Les teneurs pour les corps d'épreuve exposés à 56 cycles et 3% de NaCl augmentent avec la masse écaillée à l'exception d'un résultat présentant l'écaillage le plus élevé.

Les profils correspondant à l'exposition aux différentes concentrations de NaCl dans la solution de surface sont présentés dans la Figure 2.56. Ces profils sont conformes aux résultats attendus avec une teneur en chlorures qui augmente avec la quantité de NaCl présente dans la solution de surface.

Les profils de teneur en chlorures des corps d'épreuve exposés à différents nombres de cycles de gel-dégel sont présentés dans la Figure 2.57. Le corps d'épreuve exposé à 14 cycles de gel-dégel, présente un profil dont la teneur baisse très rapidement avec la profondeur (1% de chlorures totaux et 0% de chlorures libres à 6,5 mm de profondeur). Ce résultat est conforme au temps nécessaire à la diffusion, par contre, pour une faible profondeur (environ 1,5 mm) on remarque un ordre inverse au résultat attendu. En effet, la teneur en chlorures est plus importante pour les faibles échéances (14 ou 28 cycles).

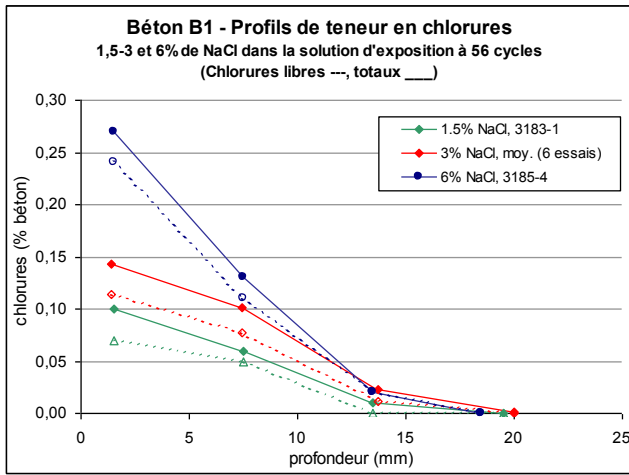


Figure 2.56 Profils de teneur en chlorures pour une exposition à 1,5-3 et 6% de NaCl dans la solution de surface à échéance de 56 cycles

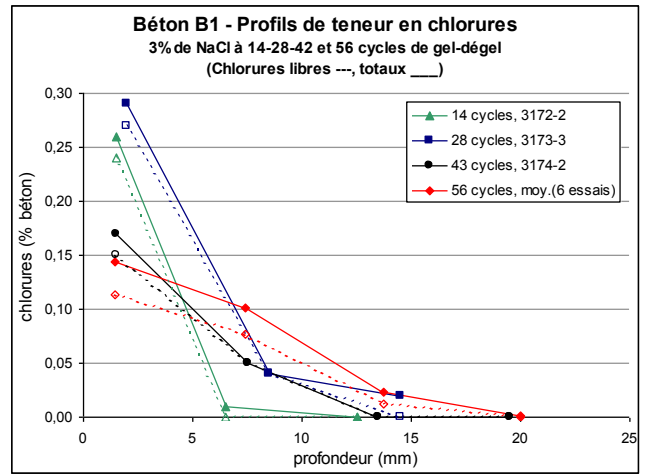


Figure 2.57 Profils de teneur en chlorures pour une exposition à 3% de NaCl à une échéance de 14-28-42 et 56 cycles de gel-dégel

### 2.3.6 IDENTIFICATION DU CHANGEMENT DE PHASE DE LA SOLUTION DE SURFACE

Différents paramètres extérieurs peuvent influencer sur le changement de phase de la solution en surface : l'enceinte climatique (homogénéité de la température d'ambiance), la qualité des isolants thermiques pour la réalisation des capots positionnés sur les corps d'épreuve, etc. Dans cette partie, le même type de corps d'épreuve est utilisé dans une seule enceinte climatique. On considère donc que les paramètres extérieurs sont identiques et stables pour tester l'influence de 2 paramètres de la solution de surface sur le changement de phase :

- différentes concentrations de NaCl pour une hauteur constante de solution à la surface,
- différentes hauteurs pour une solution à 3% de NaCl.

Une température minimale retenue de  $-30^{\circ}\text{C}$  permet de visualiser les températures et la durée des deux changements de phase (eau liquide en glace et saumure en hydrohalite). Le cycle appliqué est donc le suivant :

- stabilisation de l'ensemble du contenu de l'enceinte climatique à  $20^{\circ}\text{C}$ ,
- consigne de température d'ambiance à  $-30^{\circ}\text{C}$  durant 12 heures,
- consigne de température d'ambiance à  $40^{\circ}\text{C}$  durant 12h.

Le température d'ambiance est enregistrée lors des mesures et elle est reportée sur la Figure 2.58 et la Figure 2.60.

#### 2.3.6.1 Variation de la concentration de NaCl dans une solution de surface de 5 mm d'épaisseur

Le résultat d'écaillage est directement lié au pourcentage de NaCl contenu dans la solution de surface. Afin d'évaluer si la solution de surface présente un comportement de changement de phase attendu dans les conditions d'un essai d'écaillage, un suivi de température de la solution est réalisé pour des solutions dont la concentration de NaCl varie de 0% de NaCl (eau déminéralisée), à une solution saturée en NaCl.

Pour assurer la lisibilité des courbes, la Figure 2.58 ne présente que les enregistrements du suivi de température des solutions contenant 0-3-10-20% de NaCl et saturée en NaCl.

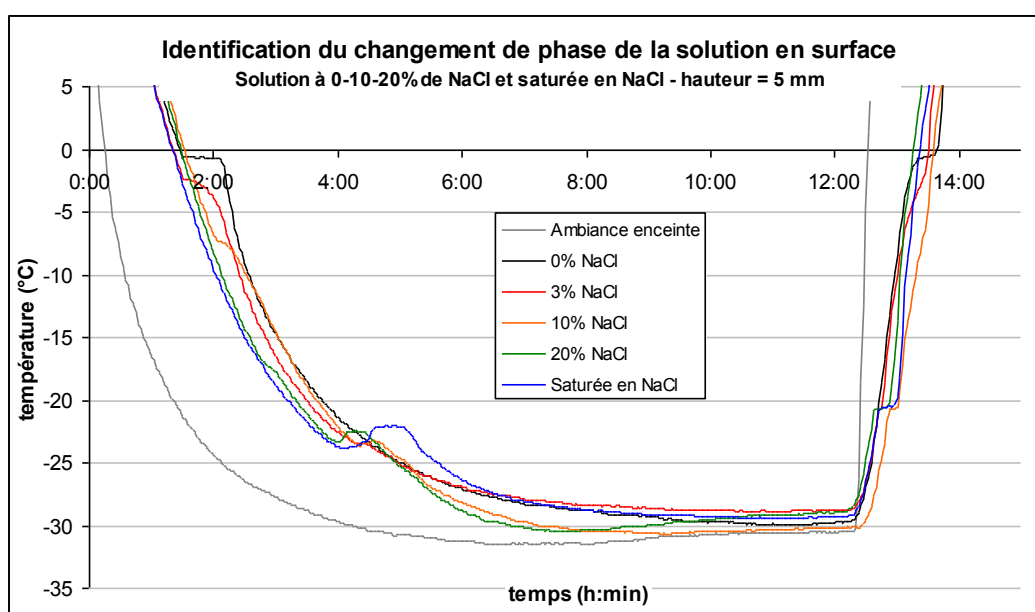


Figure 2.58 Suivi de température dans la solution de surface contenant 0-10-20% de NaCl et saturée en NaCl

La courbe du suivi de l'eau déminéralisée présente un palier horizontal à  $-0,5^{\circ}\text{C}$  sur une durée d'environ 40 min (dégagement de la chaleur latente de changement de phase).

Dès lors que la solution contient du chlorure de sodium, le palier n'est plus horizontal. La température initiale de changement de phase de l'eau en glace  $T_m$  (voir section 1.2.2) et la durée du dégagement de chaleur latente est progressif entre  $T_m$  et  $TE'$  avec l'augmentation de la quantité de NaCl contenue dans la solution de surface. Lorsque la solution de surface contient 3% de NaCl,  $T_m = -2,5^{\circ}\text{C}$  et la durée d'influence thermique observable du changement de phase est d'environ 15 min. Au-delà de 15% de NaCl dans la solution, le changement de phase est très faiblement perceptible et la durée d'influence thermique observable inférieure à 5 minutes.

Saturée en NaCl, la solution ne présente qu'une température de changement de phase de la saumure en hydrohalite et de l'eau pure en glace. Le changement de phase de la saumure s'effectue en conditions d'équilibre à la température eutectique  $TE = -21,1^{\circ}\text{C}$ . Dans notre cas, la température de changement de phase identifiée est notée  $TE'$  car elle est plus faible que la valeur théorique  $TE$ . Cette valeur,  $TE'$ , augmente de  $-23,5^{\circ}\text{C}$  à  $-21,5^{\circ}\text{C}$  pour des solutions contenant de 2% de NaCl à la saturation.

La durée de l'influence thermique du changement de phase de la saumure en hydrohalite et glace augmente avec la concentration de NaCl et atteint 60 minutes pour une solution saturée en NaCl.

Température des changements de phase en fonction du % de NaCl dans la solution de surface										
% NaCl	0	1	2	3	4	7	10	15	20	Saturé
$T_m$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	-0,5	-1,0	-1,5	-2,5	-3,0	-5,0	-7,5	-11,5	-17,5	
Durée <sup>(*)</sup> (min)	40	25	20	15	12	7	5	3	2	
$TE'$ ( $^{\circ}\text{C}$ )			-23,5	-23,5	-23,4	-23,2	-23,2	-22,2	-22,5	-21,5
Durée <sup>(*)</sup> (min)			5	8	10	18	22	35	40	60

(\*) Durée de l'influence thermique des changements de phase identifiée sur les courbes de suivi de température

**Figure 2.59** Température initiale de changement de phase de la glace en eau ( $T_m$ ) et du changement de phase de la saumure en hydrohalite ( $TE'$ ) dans une solution de surface contenant différentes concentrations de NaCl.

Le tableau de la Figure 2.59 complète les résultats de la Figure 2.58 avec un détail des valeurs obtenues pour 10 solutions contenant de 0% de NaCl jusqu'à la saturation en NaCl. Notons qu'une solution contenant 1% de NaCl ne permet pas d'identifier une température de changement de phase de la saumure.

Bien que les thermocouples utilisés soit étalonnés avec une incertitude de  $0,1^{\circ}\text{C}$ , ces valeurs sont données avec une faible précision ( $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ ) en raison de la fréquence de prise de mesure (1 mesure toutes les 2,5 min).

Les températures  $T_m$  de la Figure 2.59 sont systématiquement inférieures de  $-0,5^{\circ}\text{C}$  à  $-1,0^{\circ}\text{C}$  aux valeurs théoriques calculées dans le tableau de la Figure 1.19. Ces résultats expérimentaux sont donc cohérents avec le changement de phase des solutions NaCl- $\text{H}_2\text{O}$  présenté dans la section 1.2.2.

### 2.3.6.2 Variation de la hauteur de la solution de surface contenant 3% de NaCl

La Figure 2.60 présente les enregistrements du suivi de température des solutions contenant 3% de NaCl et d'une hauteur de 2,5-5-10 et 20 mm. Les valeurs de changements de phases identifiées sur les courbes de la Figure 2.60 sont reportées dans la Figure 2.61 :

- la température initiale de changement de phase de l'eau en glace ( $T_m$ ) qui est égale à  $-2,5^{\circ}\text{C}$  pour l'ensemble des solutions,
- la température de changement de phase de la saumure en hydrohalite,  $TE'$ , qui évolue de  $-24,0^{\circ}\text{C}$  pour une hauteur de 2,5 mm à  $-23,5^{\circ}\text{C}$  pour une hauteur de 20 mm.

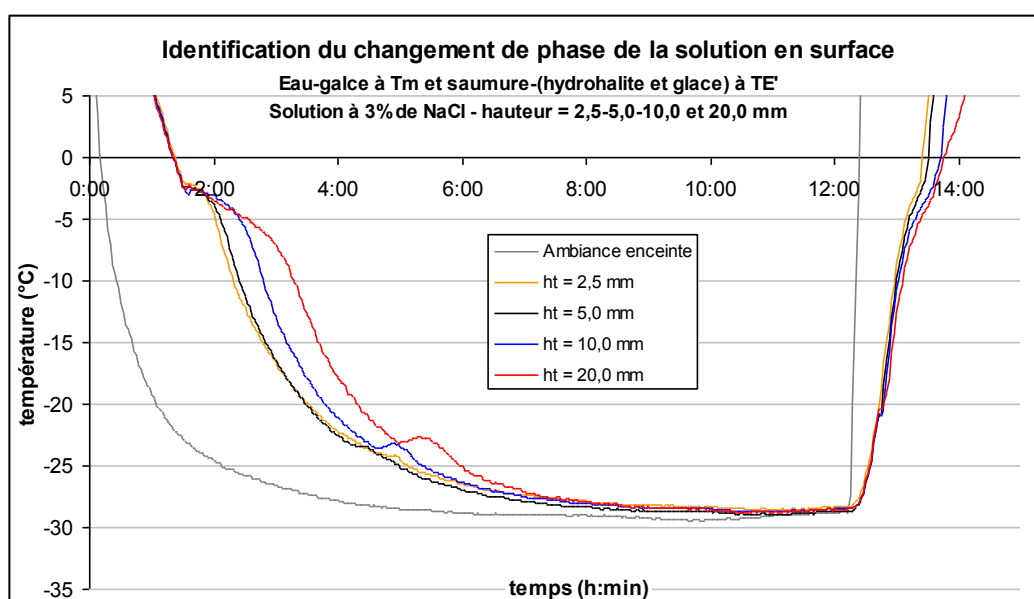


Figure 2.60 Suivi de température dans la solution de surface contenant 0-10-20% de NaCl et saturée en NaCl

L'influence des changements de phase présente une augmentation de durée importante pour une solution d'une hauteur de 5 et de 10 mm.

Température des changements de phase				
hauteur solution	2,5 mm	5,0 mm	10,0 mm	20,0 mm
$T_m$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	-2,5	-2,5	-2,5	-2,5
Durée (min)	5	8	30	60
$TE'$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	-24,0	-23,5	-23,5	-23,0
Durée (min)	2	5	20	35

Figure 2.61 Température initiale de changement de phase de la glace en eau ( $T_m$ ) et du changement de phase de la saumure en hydrohalite ( $TE'$ ) dans une solution de surface d'une hauteur de 2,5 à 20 mm

Les températures  $T_m$  du tableau de la Figure 2.61 sont identiques et inférieures de  $-0,7^{\circ}\text{C}$  à  $-1,0^{\circ}\text{C}$  à la valeur théorique de  $-1,8^{\circ}\text{C}$  calculée dans le tableau de la Figure 1.19. La température  $TE'$  est, de manière identique à la section 2.3.6.1 précédente, légèrement inférieure à la valeur théorique de  $TE = -21,1^{\circ}\text{C}$ . Cet écart est d'autant plus faible que la quantité de chaleur dégagée par le changement de phase est importante et, dans ce cas, que la hauteur de solution est importante.



Ainsi, lors d'un essai normalisé d'écaillage, la température minimale à la surface d'un corps d'épreuve est de  $-20 \pm 2^\circ\text{C}$ . Pour une hauteur de solution en surface comprise entre 5 et 10 mm et une température supérieure à  $-22^\circ\text{C}$ , il n'y aura pas de changement de phase de la saumure en hydrohalite. La fraction liquide au sein de la glace formée restera supérieure à 13% qui est la proportion (en masse) de saumure à TE avant le changement de phase en hydrohalite et en glace (cf. Figure 1.19).

### 2.3.6.3 Solidification d'une solution contenant 3% de NaCl lors d'un essai normalisé d'écaillage

L'observation de nombreux essais permet d'identifier différentes formes de solidification de la solution en surface d'un corps d'épreuve en béton lors de l'abaissement de température dans les conditions d'un essai normalisé.

De manière générale, une première couche de glace peu épaisse se forme à la surface libre de la solution. La glace finit par former une couche consolidée continue sur la totalité de la surface. Cette couche consolidée peut avoir une apparence lisse (cf. Figure 2.62) ou granuleuse (cf. Figure 2.63).

Lors du changement de phase de la solution comprise entre cette couche de glace et la surface du béton, l'expansion volumique met en pression la phase liquide restante. Cette pression se libère sous la forme d'éruption d'une phase liquide à la surface tel qu'illustré par la Figure 2.62 ou la Figure 2.63.

**Solidification d'une solution en surface de 5 mm à 3% de NaCl en condition d'essai d'écaillage et éruption de la phase liquide confinée entre la première couche de glace formée et la surface du béton**



Figure 2.62 Première couche de glace continue à surface "lisse"



Figure 2.63 Première couche de glace continue à surface granuleuse

Cette première couche de glace formée peut subir une rupture générale qui est recouverte par la phase encore liquide tel qu'illustré dans la Figure 2.64.



**Figure 2.64 Rupture de la première couche de glace et recouvrement par la phase liquide**



**Figure 2.65 Fragmentation de la première couche de glace dont les cristaux présentent un arrangement désordonné après consolidation de l'ensemble du système NaCl-H<sub>2</sub>O à -20°C**

Certains corps d'épreuve présentent un arrangement désordonné des cristaux provenant de la fragmentation de la première couche de glace formée (cf. Figure 2.65).

Peu de corps d'épreuve présentent une surface lisse (ou granuleuse) et homogène (sans remontée de phase liquide à la surface).

### 2.3.7 SYNTHÈSE DES RÉSULTATS DES ESSAIS SUR BETON

Les résultats d'écaillage du béton B1 sont élevés avec une valeur moyenne sur 24 résultats (section 2.3.3.2) :  $\mu_{\text{indiv.}} = 3090 \pm 3145 \text{ g/m}^2$  (intervalle de confiance à 95% sur l'incertitude). Sur les bétons B2 et B3, les valeurs d'écaillage sont beaucoup plus faibles avec :  $\mu_{\text{indiv.}} = 172 \pm 189 \text{ g/m}^2$  pour B2 et  $\mu_{\text{indiv.}} = 76 \pm 133 \text{ g/m}^2$  pour B3. La valeur de l'incertitude ou le coefficient de variation reporté dans la Figure 2.66 indiquent une dispersion équivalente sur ces 3 formules de béton malgré une gamme de résultats étendus. Les médianes sont légèrement inférieures ou sensiblement identiques aux valeurs moyennes.

	Béton B1	Béton B2	Béton B3
nombre d'essais	24	16	16
médiane (g/m <sup>2</sup> )	3006	153	75
$\mu_{\text{indiv.}}$ (g/m <sup>2</sup> )	3090	172	76
$\mu_{\text{indiv.}}/\sigma_{\text{indiv.}}$	59%	42%	60%

Figure 2.66 Résultats de répétabilité sur les trois formules de béton

Le résultat obtenu avec 4 essais individuels n'est pas forcément représentatif du résultat obtenu avec une population plus importante comme indiqué dans le tableau ci-dessus. Ce point est à relier au caractère aléatoire de la répartition de 4 essais individuels parmi 24 ou 16 résultats d'essais individuels. Ainsi le coefficient de variation du résultat d'essai obtenu suivant la norme XP P 18-420 (médiane de 4 résultats individuels) est de 41% pour la formule de béton B1 mais il peut être faible avec des valeurs de 12% pour le béton B2 et 13% pour le béton B3.

Les granulats influencent parfois la quantité des masses écaillées de deux manières :

- directement par leur propre sensibilité au gel-dégel en présence de sels ou non,
- indirectement par un départ préférentiel de la pâte cimentaire au droit des granulats lorsque ces derniers sont proches de la surface.

Dans le premier cas, les grosses coupures peuvent participer de manière très importante au résultat final d'écaillage.

L'effet pessimum est vérifié pour deux formules de béton, la formule de béton B1 présentant une faible résistance à l'écaillage et la formule de béton B3 présentant une résistance très élevée à l'écaillage. L'augmentation du nombre de corps d'épreuve à 16 pour la formule de béton B3 ne modifie pas ce constat. Le maintien d'une série de 4 corps d'épreuve par concentration de NaCl testé jusqu'à 302 cycles confirme également ce phénomène. Cependant, malgré un pas de 1% entre 0 et 5% de NaCl dans la solution de surface, il n'est pas possible d'identifier une concentration de NaCl correspond au maximum de perte de masse car il varie en fonction du nombre de cycles appliqués entre 1 et 4% de NaCl.

Pour les corps d'épreuve de la formule de béton B1, exposés à 3% de NaCl et 56 cycles, le front de pénétration des chlorures se situe dans un fuseau à large bande (environ 4 mm). Ce fuseau est légèrement ascendant avec une valeur centrée sur 4 mm pour les faibles valeurs d'écaillage et 11,5 mm pour les valeurs d'écaillage élevées. Le béton B3 présente une hauteur du front de pénétration des chlorures du même ordre de grandeur, avec des valeurs comprises entre 12 et 15 mm.

Lorsque la solution de surface ne contient pas de NaCl, on ne détecte pas de chlorure de sodium dans la solution interstitielle du béton et les corps d'épreuve présentent de très faibles valeurs d'écaillage. Le front de pénétration augmente brutalement dès lors qu'il y a du NaCl dans la

solution de surface pour atteindre un palier ou une faible pente lorsque la concentration de NaCl augmente. Par contre, le résultat d'écaillage après avoir atteint une valeur maximale diminue avec l'augmentation continue de la concentration de NaCl dans la solution de surface (effet pessimum). Ce schéma est similaire pour le béton B1 et le béton B3. Des essais menés à 302 cycles pour la formule de béton B3 présentent le même fonctionnement avec un effet pessimum pour l'écaillage et une courbe à palier pour le front de pénétration des chlorures dont la hauteur est de l'ordre de 25 mm.

### 2.3.8 ESSAIS COMPLEMENTAIRES SUR MORTIER ET COULIS DE CIMENT

Dans la perspective de travaux futurs, des essais d'écaillage sur mortier et sur coulis de ciments ont été réalisés avec l'objectif de limiter la dispersion des résultats d'essais. Dans ce contexte, l'influence particulière de deux paramètres a été testée :

- la présence des différentes coupures de granulats avec des essais sur du mortier (absence des graviers), et des coulis (absence de tout granulats),
- différentes procédures de fabrication pour les mortiers.

Il est également nécessaire de valider, en fonction du rapport E/C, le comportement des éprouvettes de coulis de ciments sans adjuvant ni ajout afin de pouvoir réaliser les 56 cycles de gel-dégel et obtenir un résultat significatif.

Hormis la fabrication des corps d'épreuve (nature et dimension), ces essais ont été menés suivant la norme XP P18-420 avec la fabrication de capots isolants spécifiques si nécessaire.

#### 2.3.8.1 Essais complémentaires sur mortier

##### 2.3.8.1.1 Mortier de type Mortier de Béton Équivalent avec le béton de la formule B1

Ces mortiers ont été confectionnés selon la méthode de calcul de mortier de béton équivalent issue de la procédure d'essai MA21 du réseau des Laboratoires de Ponts et Chaussées. Celle-ci conserve une formulation identique à celle du béton pour le rapport E/C, et les adjuvants. Elle limite les coupures granulométriques à 0 – 4 mm tout en conservant la même surface spécifique de granulats au sein du matériau. Cette méthode induit obligatoirement une augmentation de la proportion de pâte.

La formulation obtenue avec l'emploi des mêmes constituants pour un rapport E/C maintenu à 0,43 est donc identique à celle de la Figure 2.18 en supprimant les gravillons et en apportant 800 kg de sable 0/4 au lieu des 655 kg initialement prévus dans la formule de béton B1.

Trois modes de fabrications ont été testés :

- malaxeur à mortier d'une contenance de 10 L, qui permet de fabriquer 4 éprouvettes de dimension  $\phi = 11$  cm et 7 cm d'épaisseur en une gâchée,
- malaxeur d'une contenance de 2 L, qui permet de fabriquer une éprouvette de dimension  $\phi = 11$  cm et 7 cm d'épaisseur par gâchée,
- malaxeur d'une contenance de 2 L, qui permet de fabriquer 4 éprouvettes de dimension  $\phi = 11$  cm et 2 cm d'épaisseur par gâchée.

Les fabrications sont conformes à la norme NF EN 196-1 (à l'exception de la dimension du malaxeur de 10 litres pour la fabrication n°1). On notera en particulier le compactage à la table à chocs.

L'air occlus a été déterminé dans le cas d'une fabrication avec le malaxeur de 10 L (volume suffisant pour réaliser la mesure) et donne un résultat de 10% du volume de pâte, ce qui correspond, à l'incertitude de mesure près ( $\pm 0,5\%$ ), aux résultats, ramenés au volume de pâte, obtenus sur la formule de béton B1.

Les résultats d'écaillage à 56 cycles sont portés dans la Figure 2.67.

Fabrication Malaxeur	Dimensions		Écaillage 3% de NaCl – 56 cycles		
	$\phi$ (cm)	ht (cm)	médiane (g/m <sup>2</sup> )	$\mu$ (g/m <sup>2</sup> )	$\sigma/\mu$
10 L	11	7	108	137	84%
2 L	11	7	11	23	106%
2 L	11	2	16	18	44%

Figure 2.67 Résultats d'écaillage sur mortier de béton équivalent

Les résultats d'écaillage sur mortier de béton équivalent sont nettement inférieurs à ceux obtenus sur le béton d'origine (béton B1) qui présente une moyenne du résultat d'écaillage de 3090 g/m<sup>2</sup>. La dispersion reste élevée avec un coefficient de variation compris entre 44 et 106% pour les trois fabrications.

### 2.3.8.1.2 Mortier fabriqué selon la norme NF EN 196-1

Ces corps d'épreuve ont été fabriqués et conservés selon la norme de caractérisation des ciments NF EN 196-1 qui requiert une conservation en étuve hygro-régulée (20°C et H.R.  $\geq$  95%) durant 24 h après fabrication. Huit corps d'épreuve ont été fabriqués dans les moules utilisés pour la fabrication des prismes 4x4x16 (en cm) après en avoir retiré les entretoises.

La formule de fabrication est également issue de la norme NF P 196-1 et présente donc un rapport E/C = 0,5 (450 g de CEM I 52,5N PMES, 225 g d'eau et 1350 g de sable normalisé CEN). L'emploi du sable CEN permet de s'assurer de la faible sensibilité au gel en présence de NaCl du sable utilisé (voir section 2.3.2.3.4).

Comme le présente la Figure 2.68, à 57 cycles, la valeur moyenne de l'écaillage est de 534 g/m<sup>2</sup> pour un coefficient de variation de 48%. L'essai d'écaillage a été appliqué jusqu'à 300 cycles afin d'évaluer la possibilité de réduction de la dispersion en augmentant le nombre de cycles. A 299 cycles, la valeur moyenne des masses écaillées est de 1466 g/m<sup>2</sup> pour un coefficient de variation de 56%.

Les courbes de la Figure 2.68 présentent l'augmentation des masses écaillées jusqu'à l'atteinte d'un palier autour de 100 cycles. A compter de 100 cycles, il a été très difficile de maintenir la solution de 3% de NaCl. La surface exposée à 299 cycles est présentée dans la Figure 2.69.

Pour conserver la solution en surface, il a été nécessaire d'étanchéifier la partie basse de corps d'épreuve afin que l'eau reste emprisonnée au sein du corps d'épreuve. Cette étanchéité a été réalisée vers 150 cycles. En fin d'essai, la suppression de cette étanchéité a rendu visible la partie basse du corps d'épreuve qui était fortement endommagée. La profondeur de dé-cohésion du matériau peut atteindre 2 cm pour certains corps d'épreuve, comme illustré dans la Figure 2.70.

La fabrication et la conservation dans des conditions très strictes de ce mortier ne lui confèrent pas une plus faible dispersion à 56 cycles.

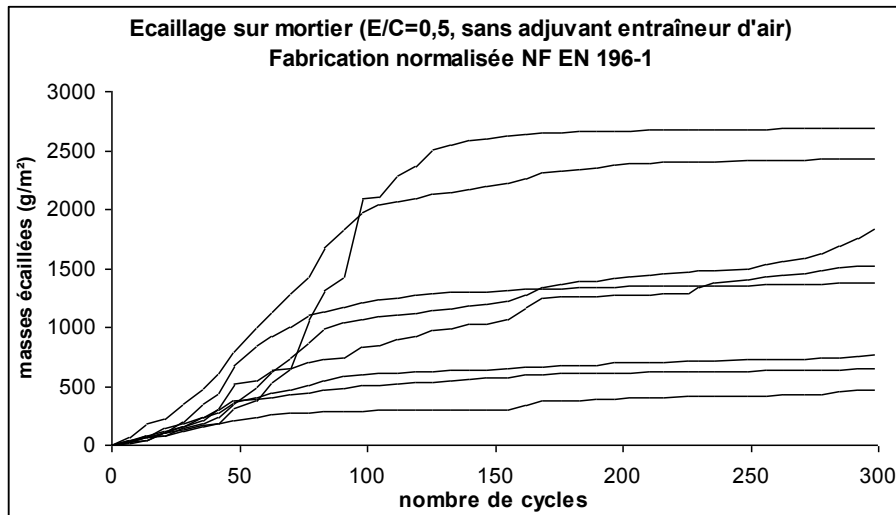


Figure 2.68 Écaillage d'un mortier fabriqué selon la NF EN 196-1

Par ailleurs, la perméabilité de ce mortier évolue avec l'augmentation du nombre de cycles de gel-dégel et rend difficile le maintien de l'épaisseur de 5 mm de solution en surface.

L'apport d'une étanchéité totale du fond du corps d'épreuve et la détérioration importante du fond du corps d'épreuve confirme l'évolution de la perméabilité du matériau et nous informe sur la possibilité d'un écaillage en l'absence d'une épaisseur de plusieurs millimètres sur la surface exposée.



Figure 2.69 Corps d'épreuve de mortier après 299 cycles d'écaillage, face supérieure



Figure 2.70 Corps d'épreuve en mortier après 299 cycles d'écaillage, face inférieure

### 2.3.8.2 Essais sur coulis de ciments

Les essais sur coulis de ciments comportent la difficulté de générer (en l'absence de granulats) et de stabiliser un réseau d'air entraîné. Ces matériaux sont également très sensibles au retrait plastique au jeune âge et peuvent présenter un réseau de micro-fissuration lorsqu'ils sont durcis.

Des corps d'épreuve d'une dimension de 15 cm x 15 cm et d'une hauteur de 7,5 cm, pour des rapports E/C d'un ordre de grandeur de 0,45, ne résistent pas à plus de 7 à 10 cycles de gel-dégel avant de subir une fracturation dans la masse (cf. Figure 2.71).

Deux fabrications d'éprouvettes cylindriques ( $\phi = 11\text{cm}$  et épaisseur = 2cm) composées de ciment CEM I 52,5N PM ES Lafarge de la cimenterie du Teil ont permis de mener l'essai à 56 cycles (sans fracturation dans la masse du matériau) avec une fabrication dans un malaxeur à coulis pour des rapports E/C de 0,4 et 0,3.

L'essai avec un coulis de ciment de rapport E/C = 0,4 présente des fuites à compter du 40<sup>ème</sup> cycle et le résultat d'écaillage de 8 g/m<sup>2</sup> ne semble pas très significatif (aucune détérioration visible en surface). Par contre, l'essai avec un coulis de ciment de rapport E/C = 0,3 ne présente pas de fuite à 56 cycles et le résultat est très proche de ceux des mortiers MBE avec une médiane de 16 g/m<sup>2</sup> et un coefficient de variation de 44%.



**Figure 2.71** Fracturation dans la masse après 10 cycles de gel-dégel dans les conditions de l'essai d'écaillage, d'un coulis E/C=0,45 avec adjuvant entraîneur d'air (0,2% du ciment en masse)



## 2.4 GEL INTERNE ET ECAILLAGE SUR MORTIER ET COULIS IMMERGES

### 2.4.1 PRESENTATION GENERALE DE LA CAMPAGNE EXPERIMENTALE

#### 2.4.1.1 Objectifs

L'orientation des essais de cette partie est basée sur les conclusions de la bibliographie reportées en section 2.1 et les résultats obtenus dans la partie précédente (cf. sections 2.3.7 et 2.3.8). Les résultats précédents se positionnent dans le cadre de la réalisation d'essai suivant la norme XP P 18-420 et conduisent aux constats principaux suivants :

- les résultats d'essais sont assez dispersés et nécessitent la réalisation d'un nombre important d'essais individuels pour valider la représentativité du résultat,
- l'effet pessimum est confirmé sur deux formules de bétons, l'une présentant une très forte résistance à l'écaillage et l'autre une faible résistance. Il est toutefois important de qualifier l'influence des conditions d'exposition du corps d'épreuve et des propriétés du matériau testé lors de la détection de ce phénomène,
- la présence des chlorures dans la solution de surface influence directement le résultat d'essai d'écaillage, mais on ne dispose que de peu d'information sur son effet lors d'un essai de gel interne en condition d'immersion,
- les granulats ont une influence sur la quantité des masses écaillées en fin d'essai. Il apparaît nécessaire de limiter la présence des graviers qui ont un double effet par leur propre sensibilité au gel et le départ plus fréquent de la pâte cimentaire au-dessus des graviers proches de la surface,
- la difficile correspondance du résultat d'écaillage (quantitatif et qualitatif) pour différents matériaux (béton, mortier ou coulis) contenant une pâte cimentaire de composition identique,
- la fracturation dans la masse des corps d'épreuve en coulis et par conséquent la difficulté de conduire un essai représentatif avec un corps d'épreuve en coulis jusqu'à 56 cycles. Les coulis sans adjuvant ni ajout présentent donc une phénoménologie de détérioration différente de celle des bétons ou mortiers,
- l'évolution des matériaux au cours d'un essai qui peut rendre impossible le maintien des 5 mm de solution si le corps d'épreuve devient trop perméable et conduire à un résultat non représentatif.

Ces constats font essentiellement apparaître un défaut de représentativité du résultat d'essai réalisé dans les conditions de la norme XP P 18-420, différentes phénoménologies de détérioration pour différents matériaux mais également au sein d'un même matériau. Cependant, aucun paramètre majeur d'influence spécifique à la résistance à l'écaillage du matériau ne se dégage de ces essais.

Les objectifs de la campagne d'essais sur mortiers et coulis immergés seront donc de caractériser la phénoménologie des différentes formes d'écaillage observées en fonction des conditions d'exposition et du matériau testé. Cette campagne est basée sur la comparaison de résultats d'essais en faisant varier un minimum de paramètres :

- les conditions d'exposition avec un même matériau cimentaire (cycle thermique, concentration de NaCl dans la solution d'exposition et exposition de surface ou immersion partielle),
- les variations sur la formulation du matériau avec des conditions d'exposition fixées (rapport E/C, agent entraîneur d'air, micro-billes plastiques creuses et sable).

Les conditions d'exposition sont présentées en détail dans le paragraphe suivant (section 2.4.1.2). Les matériaux testés sont des mortiers et des coulis contenant des micro-billes plastiques ou des coulis sans ajout. Ces micro-billes plastiques creuses (Sika AER Solid) sont une alternative à l'emploi d'adjuvant entraîneur dans les bétons pour générer un réseau similaire au réseau de bulles d'air dans la pâte cimentaire. Ce produit dispose d'essais de référence réalisés en Allemagne suivant l'essai CDF-test. La fiche technique du produit est fournie en Annexe 14.

### 2.4.1.2 Conditions d'exposition

#### 2.4.1.2.1 Exposition de surface ou immersion partielle

L'exposition de surface correspond à un essai standard d'écaillage (type XP P18-420). Dans ce cas, 4 corps d'épreuve de forme cubique sont exposés à une solution de surface. Le choix d'une conservation en eau ne permet pas de réaliser l'étape de séchage préalable au collage latéral du néoprène nécessaire pour contenir la lame d'eau ou de saumure. Dans cette campagne expérimentale, un contre-coffrage en fond de moule permet à la surface exposée de contenir la lame de 5 mm de solution lors de l'exposition aux cycles de gel-dégel (cf. Figure 2.72). Un capot isolant et anti-évaporation équipe les corps d'épreuve durant l'exposition aux cycles thermiques (cf. Figure 2.73).



Figure 2.72 Moule métallique de fabrication des corps d'épreuve cubiques de dimensions 16x14x3,5 (en cm)



Figure 2.73 Capots isolants pour les corps d'épreuve cubiques

Nota : les corps d'épreuve de dimensions 16x14x3,5 (en cm) sont appelés corps d'épreuve cubiques par extension à la dénomination de corps d'épreuve de dimensions 15x15x7,5 (en cm) également dénommé ainsi car ils sont issus de la fabrication de cubes 15x15x15 (en cm).

L'immersion partielle d'un prisme 4x4x16 correspond à l'adaptation d'un essai standard de gel interne (type NF P18-424). Dans ce cas, 3 prismes de dimensions 4x4x16 (en cm) sont individuellement positionnés dans un boîtier étanche (Figure 2.74 et Figure 2.75) contenant 200 ml de solution afin que les faces latérales soient entièrement immergées. Les épaisseurs de solutions sont de 15,7 mm pour les faces latérales et 6,8 mm pour la face fond de boîtier.

Le prisme immergé est positionné dans le boîtier avec sa face fond de moule (fabrication) exposée en fond de boîtier et ne subit pas de rotation au cours de l'essai. Un seul essai déroge à cette règle pour évaluer le biais potentiel lié aux propriétés des différentes faces du prisme (talochée, latérale et fond de moule) et est présenté dans la section 3.2.1.1.2 et illustré par les photos de la Figure 3.14.

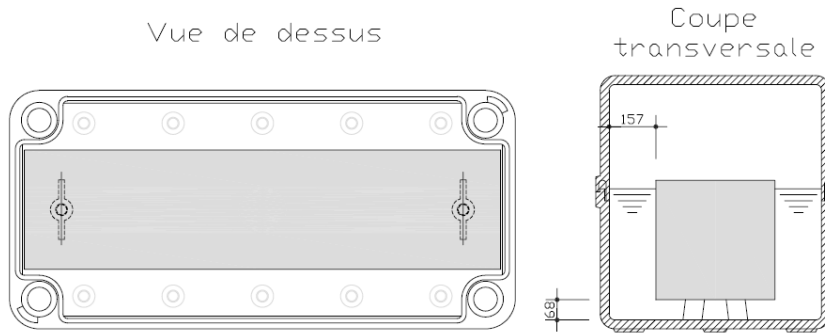


Figure 2.74 Schéma d'un boîtier plastique étanche contenant un prisme 4x4x16 (en cm) immergé



Figure 2.75 Corps d'épreuve immergés en cours d'essai

#### 2.4.1.2.2 Cycle thermique

Deux types de cycles thermiques ont été appliqués. Un cycle de type gel interne correspondant à l'essai normalisé NF P18-424 (ou NF P18-425) et un cycle de type écaillage correspondant à l'essai normalisé XP P18-420.

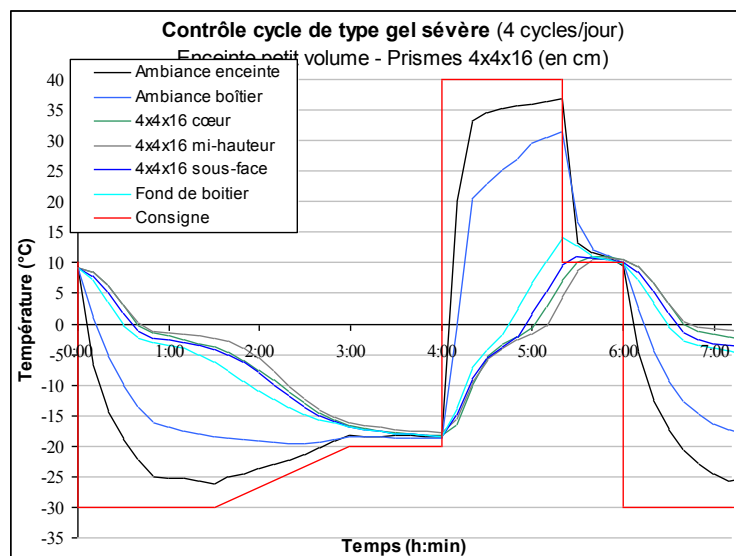
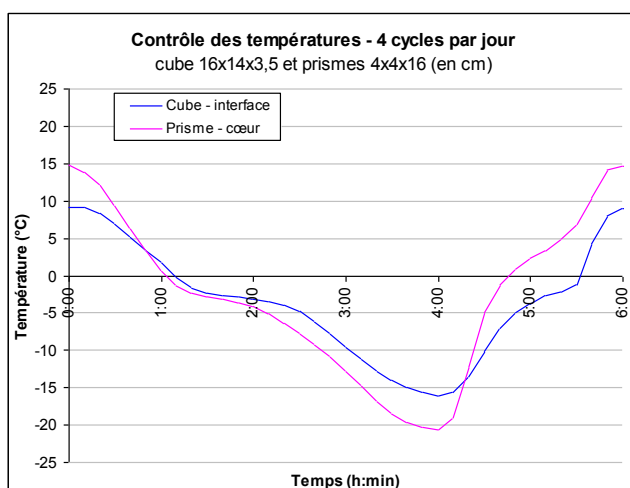
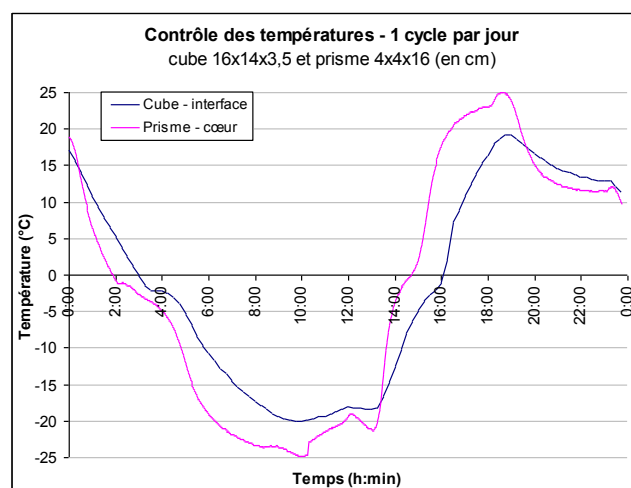


Figure 2.76 Cycle de type gel interne (4cycles/jour) appliqué aux prismes 4x4x16 (en cm)

L'enceinte réalisant le cycle de type gel interne est pilotée dans les mêmes conditions que l'essai normalisé. La durée totale du cycle est de 6 h, soit 4 cycles par jour, avec des températures extrêmes  $\theta_{\max}=+9^{\circ}\text{C}$  et  $\theta_{\min}=-18^{\circ}\text{C}$ , un fort taux de refroidissement  $\tau=-6^{\circ}\text{C/h}$  et l'absence de palier à  $\theta_{\max}$  ou  $\theta_{\min}$ . La vérification du cycle est effectuée à cœur d'un prisme  $4\times 4\times 16$  (en cm). La Figure 2.76 présente les températures enregistrées en ambiance de l'enceinte, en différents points du boîtier contenant un prisme  $4\times 4\times 16$  (en cm) immergé et à cœur du prisme. Le cycle est régulé sur le cycle de température d'ambiance de l'enceinte climatique.



**Figure 2.77** Cycle de température de type gel interne appliqué sur prisme  $4\times 4\times 16$  (en cm) et enregistrement de la température sur un corps d'épreuve cubique



**Figure 2.78** Cycle de température de type écaillage appliqué sur corps d'épreuve cubique et enregistrement de la température sur prisme  $4\times 4\times 16$  (en cm)

Les différences entre les prismes  $4\times 4\times 16$  (en cm) et les corps d'épreuve cubiques ne permettent pas d'obtenir des températures identiques dans une même enceinte. Un cube  $16\times 14\times 3,5$  (en cm) présente une inertie thermique plus élevée, dispose d'un capot anti-évaporation, d'une isolation thermique latérale et en sous-face. Pour un cycle thermique vérifié à cœur d'un prisme  $4\times 4\times 16$  (en cm), un cube  $14\times 16\times 3,5$  (en cm) subit des changements de température plus lents.

Dans une enceinte programmée pour obtenir le cycle de température de type gel interne à cœur d'un prisme  $4\times 4\times 16$  (en cm), la température relevée à la surface d'un corps d'épreuve cubique est indiquée dans la Figure 2.77.

Le cycle de type écaillage présenté dans la Figure 2.78 est d'une durée totale de 24 h, soit un cycle par jour. L'amplitude est de  $40^{\circ}\text{C}$  avec  $\theta_{\max}=+20^{\circ}\text{C}$  et  $\theta_{\min}=-20^{\circ}\text{C}$ . Le taux de refroidissement est plutôt faible ( $\tau=-4,5^{\circ}\text{C/h}$ ). La programmation de l'enceinte est réalisée pour obtenir un cycle de température de type écaillage à l'interface saumure - surface exposée d'un cube  $16\times 14\times 3,5$  (en cm). Lors de l'exposition d'un prisme  $4\times 4\times 16$  (en cm) aux mêmes conditions d'ambiance, les températures obtenues à cœur de l'échantillon sont portées sur la Figure 2.78 :  $\theta_{\max}=+25^{\circ}\text{C}$  et  $\theta_{\min}=-25^{\circ}\text{C}$ .

#### 2.4.1.2.3 Présence d'agent agressif dans la solution d'exposition : NaCl et glycol

Afin de vérifier l'effet pessimum, les corps d'épreuve sont exposés à des solutions d'eau déminéralisée du commerce dont le pourcentage en masse en NaCl ou en mono-éthylène de glycol varie comme suit : 0,0 - 1,5 - 3,0 - 4,5 - 7,0 et 10,0%.

### 2.4.1.3 Différents matériaux testés

Les deux grandes familles de matériaux testées lors de cette campagne sont les mortiers et les coulis.

#### 2.4.1.3.1 Formulation des corps d'épreuve

Les composants sont identiques pour tous les corps d'épreuve :

- le ciment est un OPC : 52,5 N PM ES,
- le sable est un sable normalisé CEN selon la norme NF EN 196-1,
- l'eau utilisée est une eau déminéralisée du commerce (provenance identique pour l'ensemble des essais),
- l'adjuvant entraîneur d'air est le Sika AER 5,
- les micro-billes plastiques creuses : Sika AER Solid.

Les fiches techniques produits sont disponibles en Annexe 14.

La première formule testée est issue de la fabrication des mortiers pour la caractérisation des ciments selon la NF EN 196-1 avec :

- 450 g de ciment,
- 225 g d'eau (rapport E/C = 0,50),
- 1350 g de sable normalisé CEN.

Pour toutes les fabrications la quantité de ciment est de 450 g, les masses unitaires des composants complémentaires sont les suivantes :

- 1350 g de sable normalisé CEN,
- 1,3 g d'adjuvant entraîneur d'air (soit 0,3% de ciment en masse),
- 12 g de micro-billes plastiques.

Les formules testées sont des dérivées de cette formule de base avec une quantité de ciment restant fixée à 450 g. Le rapport E/C égal à 0,50 pour la première formule a ensuite été réduit à 0,44. Les quantités de sable, d'adjuvant entraîneur d'air et de micro-billes plastiques varient dans des proportions de 0 à 2 par rapport à la quantité unitaire initiale.

Le nom des séries d'essais débute par M pour les mortiers, C pour les coulis. Il est complété par la mention (.p) pour les prismes et (.c) pour les cubes. L'exposition à un cycle de température de type écaillage est notée (.1) pour 1 cycle/jour et (.4) pour le cycle de type gel interne à 4 cycles par jour. La série exposée à une concentration variable de glycol dans la solution de surface comprend la mention complémentaire (.G). La dénomination des différentes séries est donc réalisée comme suit : Nom (nombre d'essais<sup>7</sup> x nombre d'éprouvettes par essai) - E/C – micro-billes – adjuvant entraîneur d'air - Sable

Par exemple, la série M.p.4.(18)-0,44-0-1-1 représente 18 prismes de mortier d'un rapport E/C égal à 0,44 sans micro-bille plastique, contenant 1,3 g d'A.E.A et 1350 g de sable. Les 18 corps d'épreuve sont soumis aux cycles de température de type gel interne et à 3% de NaCl dans la solution d'immersion.

La série C.c.1.(6x4)-0,44-1-0-0 représente 3 essais de 4 corps d'épreuve cubiques de coulis d'un rapport E/C égal à 0,44, contenant 12 g de micro-billes plastiques, sans adjuvant entraîneur d'air ni sable. Les 6 essais sont soumis aux cycles de température de type écaillage et à une concentration variable d'agent agressif dans la solution d'exposition.

<sup>7</sup> Ce nombre n'est pas mentionné lorsqu'il est égal à 1 et les éprouvettes sont exposées à une solution contenant 3% de NaCl. Lorsque ce nombre est différent de 1, la solution d'exposition contient différents pourcentage de NaCl.

### 2.4.1.3.2 Fabrication et conservation des corps d'épreuve

La fabrication est calquée sur la procédure de fabrication des mortiers selon la norme NF EN 196-1 avec les aménagements suivants :

- les micro-billes plastiques sont introduites avec le ciment en début de fabrication (mélange à sec 30 s – petite vitesse soit 140 tours/min),
- l'adjuvant entraîneur d'air est préalablement mélangé à l'eau.

Les conditions de conservation des corps d'épreuve ont une influence notable sur la résistance à l'écaillage. Pour éviter les différences liées à un stockage en atmosphère qui influe essentiellement sur la teneur en eau et la carbonatation, la conservation est faite en eau à 20°C depuis le décoffrage (24 h après fabrication) jusqu'au démarrage des essais à 28 jours.

### 2.4.1.4 Liste des essais réalisés

Pour chaque matériau, le choix possible des paramètres pour les essais à réaliser comprend :

- le type d'exposition :  
immergée (prismes 4x4x16 (en cm)) ou de surface (cubes 16x14x3,5),  
répétabilité à 3% de NaCl ou variation de concentration de NaCl (ou de glycol),
- le cycle thermique : 1 cycle/jour ou 4 cycles/jour.

Pour une formule, l'ensemble des combinaisons possibles représente un total de 24 séries de 3 prismes et 18 séries de 4 cubes. Il est matériellement difficile de réaliser la totalité de ces combinaisons.

dénomination	nombre	Type		Formulation				Exposition		Cycle		Objectif	
		mortier	coulis	E/C	micro-billes ( $1u = 12\text{ g}$ )	Adjuvant entraîneur d'air ( $1u = 2,3\text{ g}$ )	sable ( $1u = 1350\text{ g}$ )	prisme 4x4x16	cube 16x14x3,5	4 cycles/jour	1 cycle/jour	répétabilité	variation du % de NaCl
M.p.4	6x3	x		0,50	-	-	1	x		x			x
M.p.1	18	x		0,44	-	1	1	x			x	x	
M.p.4	6x3	x		0,44	-	1	1	x		x			x
M.c.1	12	x		0,44	-	1	1		x		x	x	
C.p.1	18		x	0,44	1	-	-	x			x	x	
C.c.1	12		x	0,44	1	-	-		x		x	x	
C.p.4	6x3		x	0,44	1	-	-	x		x			x
C.p.1	6x3		x	0,44	1	-	-	x			x		x
C.c.1	3x4		x	0,44	1	-	-		x		x	x	x
C.c.4	12		x	0,44	1	-	-		x	x			x
C.p..4G	6x3		x	0,44	1	-	-	x		x			x <sup>(1)</sup>
C.p.1	3		x	0,44	-	-	-	x			x		
C.p.1	3		x	0,44	1/2	-	-	x			x		
C.p.1	3		x	0,44	2	-	-	x			x		
M.p.1	3	x		0,44	1	1	1	x			x		
M.p.1	3	x		0,44	1/2	1/2	1/2	x			x		
M.p.1	3	x		0,44	-	1/2	1/2	x			x		

(1) L'agent agressif est du monoéthylène de glycol

Figure 2.79 Liste des séries d'essais réalisées

De manière générale, l'essai immergé sur prisme 4x4x16 (en cm) est préférentiellement retenu parce qu'il permet de caractériser la résistance à l'écaillage et au gel interne, et que les mesures d'allongement relatif et de fréquence de résonance sont difficilement réalisables sur cubes. En effet ces mesures n'apportent pas une information facilement analysable en raison de l'hétérogénéité des conditions de saturation du corps d'épreuve. De plus, ces essais présentent une dispersion plus faible des résultats (voir section 3.2.3). Les essais réalisés dans le cadre de cette campagne expérimentale sont indiqués dans la Figure 2.79.

### 2.4.1.5 Caractérisation des différents matériaux testés

#### 2.4.1.5.1 Matériau frais en fin de fabrication

Les résultats de mesures d'air occlus sur mortier et sur coulis avec un rapport E/C égal à 0,44 sont donnés dans la Figure 2.80. Les valeurs d'air occlus sont mesurées selon la norme NF EN 1015-7 (aéromètre à mortier de 1 L). Afin de pouvoir comparer les résultats des différentes formules, ces valeurs sont aussi rapportées au volume de pâte ( $V_p$ ).

	E/C	micro-billes plastiques (% de C)	Adjuvant entraîneur d'air (% de Ciment)	air occlus (% volumique)	
				mesuré	$V_p$
Mortier	0,50	0,00%	0,00%	4,5%	9,3%
	0,44	0,00%	0,00%	5,0%	10,4%
	0,44	0,00%	0,30%	11,0%	22,8%
	0,44	0,00%	0,60%	13,0%	27,0%
Coulis	0,44	0,00%	0,00%	0,5%	
	0,44	2,67%	0,00%	4,0%	
	0,44	0,00%	0,30%	6,0%	

Figure 2.80 Mesures d'air occlus sur mortier et coulis

#### 2.4.1.5.2 Matériau durci

Les résistances mécaniques reportées dans la Figure 2.81 sont mesurées à 28 jours sur des prismes 4x4x16 (en cm). Les essais de compression et de traction par flexion sont réalisés selon la méthode d'essai sur les prismes 4x4x16 (en cm) pour la caractérisation des ciments (norme NF EN 196-1).

Selon la notation de l'Eurocode 2 :

- $F_{cm28}$  est la résistance moyenne à la compression à 28 jours,
- $F_{ck28}$  est la résistance caractéristique (fractile à 5%) à la compression à 28 jours,
- $F_{ctm28}$  est la résistance moyenne à la traction à 28 jours,
- $F_{ctk28}$  est la résistance caractéristique (fractile à 5%) à la traction à 28 jours.

Formulation				Compression (MPa)		Traction (MPa)	
E/C	micro-billes	A.E.A*	Sable	$F_{cm28}$	$F_{ck28}$	$F_{ctm28}$	$F_{ctk28}$
0,44	-	-	-	64,4	41,6	8,5	7,8
0,44	1/2	-	-	49,2	41,4	9,2	6,5
0,44	1	-	-	43,5	37,8	7,4	5,5
0,44	2	-	-	35,4	30,8	7,0	5,6
0,44	1	1	1	29,1	27,5	5,8	4,6
0,44	1/2	1/2	1/2	42,5	38,9	7,4	7,0
0,44	-	1/2	1/2	62,3	60,1	9,5	9,4
0,44	-	1	1	61,4	56,7	7,5	5,6

\* Adjuvant entraîneur d'air

Figure 2.81 Résistance mécanique des différentes formules testées

Des cylindres 11x22 (en cm) ont été spécialement fabriqués (2 formules de coulis et 5 formules de mortiers) pour réaliser les mesures de porosités accessibles à l'eau et d'absorption capillaire selon [Recommandations durabilité, 2010]. Dans les deux cas, on ramène ces mesures globales sur le matériau à la masse de pâte pour pouvoir comparer les résultats entre les différentes formulations.

Les parties d'éprouvettes restantes ont permis de réaliser les mesures de porosité par intrusion au mercure. La valeur de la porosité totale mesurée par intrusion au mercure est le rapport du volume

poreux sur le volume total de l'échantillon. Afin de faciliter les comparaisons entre les matériaux, ce volume poreux est également calculé par rapport au volume de pâte contenu dans l'échantillon. Les résultats sont reportés dans la Figure 2.82.

Formulation				Porosité totale		Porosité accessible à l'eau (%)		Absorption capillaire (kg/m <sup>2</sup> )			
E/C	micro-billes	A.E.A	Sable	Mesurée	(/Vp)	Mesurée	(/Mp)	24h		48h	
								Mesurée	(/Mp)	Mesurée	(/Mp)
0,44	-	-	-	20,3%		40,5		20,2		20,6	
0,44	1	-	-	31,5%		38,5		18,9		19,4	
0,44	1	1	1	22,7%	70,7%	13,7	42,4	3,4	10,7	4,7	14,5
0,44	1/2	1/2	1/2	non mesuré		14,0	28,9	4,2	8,7	5,8	11,8
0,44	-	1/2	1/2	13,7%	28,2%	14,2	29,3	4,8	9,8	6,3	13,0
0,44	-	1	1	16,4%	49,3%	14,6	45,2	5,8	18,1	7,3	22,5
0,50	-	-	1	11,3%	33,9%	16,3	48,9	7,3	21,9	8,3	24,9

Figure 2.82 Mesures de la porosité par intrusion au mercure (poroHg), de la porosité accessible à l'eau et de l'absorption capillaire

Les mesures de porosité par intrusion au mercure ont été réalisées sur 2 coulis (cf. Figure 2.83) et sur 4 mortiers (cf. Figure 2.84). Pour les coulis, l'apport des micro-billes plastiques ne développe pas un nouveau diamètre de pores connectés (cf. Figure 2.83) mais le volume total du réseau poreux augmente de 20,3% pour le coulis sans adjuvant ni ajout à 31,5% pour le coulis contenant les micro-billes plastiques (cf. Figure 2.82).

Le volume poreux mesuré des mortiers est plus faible que celui des coulis. Mais, cette proportion est plus importante pour les mortiers lorsqu'elle calculée par rapport à la quantité volumique de pâte présente dans le matériau. Le mortier (0,44-0-0-0) d'un rapport E/C=0,44 sans adjuvant ni ajout<sup>8</sup> présente une nouvelle famille de pores connectés de faible volume, comme observé dans la Figure 1.23. On note cependant que ce n'est pas le cas pour le mortier (0,50-0-0-1) d'un rapport E/C=0,50 sans adjuvant ni ajout.

De plus le mortier (0,44-0-1-1) d'un rapport E/C=0,44 et contenant un adjuvant entraîneur d'air présente une famille de pores connectés différente de celle observé sur le mortier (0,44-0-0-1) que l'on retrouve de manière identique dans le mortier (0,44-1-1-1) contenant les micro-billes plastiques et l'adjuvant entraîneur d'air mais avec une augmentation du volume de cette nouvelle famille de pores.

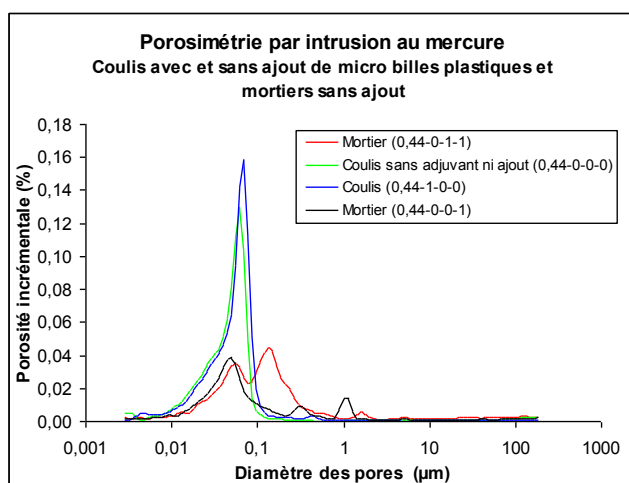


Figure 2.83 Porosité par intrusion au mercure sur coulis et mortiers sans adjuvant ni ajout

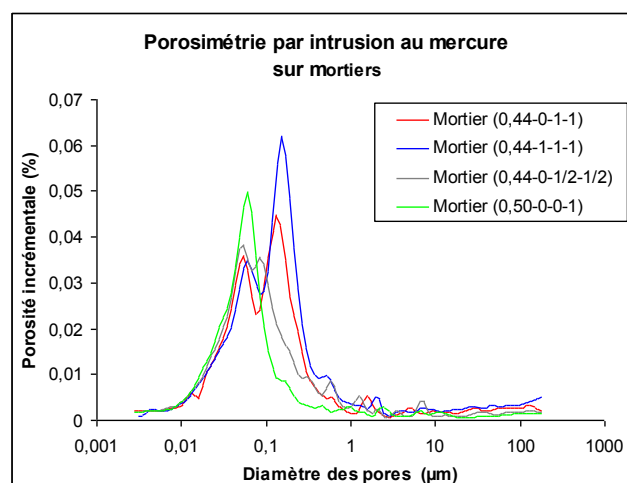


Figure 2.84 Porosité par intrusion au mercure sur mortiers

<sup>8</sup> Ce matériau n'a pas été utilisé dans les essais mais il est caractérisé pour connaître les propriétés du matériau intermédiaire entre le mortier (0,5-0-0-1) et le mortier (0,44-0-1-1).



La teneur en eau en début d'essai est évaluée pour chaque prisme d'une série. De manière générale, la teneur en eau =  $\frac{m_{eau}}{m_{sec}}$  (en %), et dans notre cas  $\frac{m_{eau}}{m_{sec}} = \frac{m_0 - m_{sec}}{m_{sec}}$

Avec

$m_{eau}$  masse de l'eau contenue dans le corps d'épreuve,

$m_0$  masse du corps d'épreuve et de l'eau qu'il contient au démarrage de l'essai,

$m_{sec}$  masse sèche du corps d'épreuve, qui s'obtient dans notre cas par le cumul de la masse du corps d'épreuve après exposition aux cycles de gel-dégel et des résidus de perte de masse après étuvage à 105°C.

Les teneurs en eau sont reportées dans la Figure 2.85. Elles sont comprises entre 21 et 23% pour les coulis. Elles sont supérieures pour les mortiers avec 23 à 31% pour les valeurs ramenées à la masse de pâte (Mp). Le degré de saturation est le rapport de la teneur en eau sur la porosité accessible à l'eau.

E/C	Formulation			Teneur en eau		Degré de saturation
	micro-billes	A.E.A	Sable	Mesurée	(/Mp)	
0,44	-	-	-	39,6%		98%
0,44	1/2	-	-	21,6%		-
0,44	1	-	-	21,4%		56%
0,44	2	-	-	22,8%		-
0,44	1	1	1	8,8%	27,2%	64%
0,44	1/2	1/2	1/2	11,9%	24,3%	84%
0,44	-	1/2	1/2	12,4%	25,5%	87%
0,44	-	1	1	7,6%	23,5%	52%
0,50	-	-	1	10,2%	30,6%	63%

Figure 2.85 Teneur en eau et saturation des formules testées évaluée au démarrage de l'essai

L'évaluation du facteur d'espacement a été réalisée sur les formules de bases et sont reportées dans la Figure 2.86.

E/C	Formulation			L <sub>barre</sub> (ASTM C457)		
	Micro-billes	Adjuvant entraîneur d'air	Sable	Air (%)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	L <sub>barre</sub> (μm)
0,44	1	-	-	5,4	98	82
0,44	-	1	1	27,0	18	58
0,50	-	-	1	8,5	8,5	605

Figure 2.86 Facteur d'espacement des formules de base

## 2.4.2 RESULTATS D'ESSAIS SUR CUBES AVEC UNE EXPOSITION DE SURFACE

Ces essais sont réalisés sur des corps d'épreuve 16x14x3,5 (en cm), l'expression de l'écaillage se fait de manière identique à la norme XP P 18-420 par le rapport de la perte de masses cumulée par unité de surface exposée (cf. Annexe 5).

Pour les séries composées de 4 corps d'épreuve, le résultat de mesure est calculé selon la médiane des résultats individuels (en cohérence avec la norme XP P 18-420).

Pour les séries de répétabilité comportant 12 corps d'épreuve, les résultats sont calculés à l'aide de la moyenne et de la médiane des résultats individuels.

### 2.4.2.1 Répétabilité – séries M.c.1.(12)-0,44-0-1-1 et C.c.1.(12)-0,44-1-0-0

La formule de base pour le mortier et celle pour le coulis a été testée sous la forme de corps d'épreuve cubique. Pour chaque série, 12 cubes ont été exposés à une solution d'eau déminéralisée contenant 3,0% de NaCl et à un cycle thermique de type écaillage (cf. Figure 2.78). Les résultats individuels, les médianes et les moyennes sont représentés dans la Figure 2.87 pour le coulis et dans la Figure 2.88 pour le mortier.

La moyenne des masses écaillées à 56 cycles est égale à 217 g/m<sup>2</sup> pour le mortier et à 228 g/m<sup>2</sup> pour le coulis. Le coefficient de variation est égal à 51% pour le coulis et 60% pour le mortier. Cet ordre de grandeur est élevé et correspond aux résultats obtenus sur béton (voir section 2.3.3).

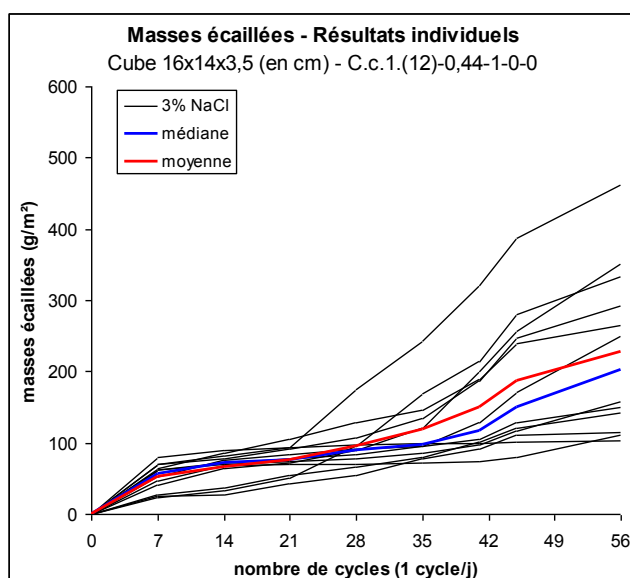


Figure 2.87 Série C.c.1.(12)-0,44-1-0-0 - écaillage

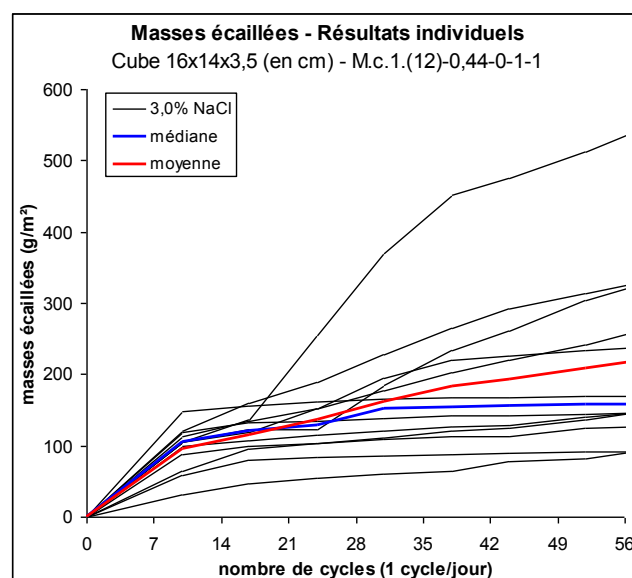


Figure 2.88 Série M.c.1.(12)-0,44-0-1-1 - écaillage

Les résultats sur mortier sont à nuancer par rapport à la difficulté à maintenir le niveau de solution en surface du corps d'épreuve dès la deuxième semaine d'exposition aux cycles de gel-dégel. La visualisation de la détérioration est similaire (même mécanisme de détérioration) à celle observée sur les prismes avec toutefois des dimensions d'écaillures plus importantes pour le coulis et une répartition hétérogène sur une même surface (cf. Figure 3.12).

### 2.4.2.2 Variation de concentration de NaCl – séries C.c.4.(6x4)-0,44-1-0-0 et C.c.1.(3x4)-0,44-1-0-0

Les corps d'épreuve cubique 16x14x3,5 (en cm) étant fabriqués par séries de 12, les 3 séries fabriquées ont permis de réaliser les essais suivants :

- exposition à 4 cycles/jour et 0-1,5-3-4,5-7 et 10% de NaCl, (cf. Figure 2.89),
- exposition à 1 cycle/jour et 0-1,5 et 3% de NaCl (cf. Figure 2.90).

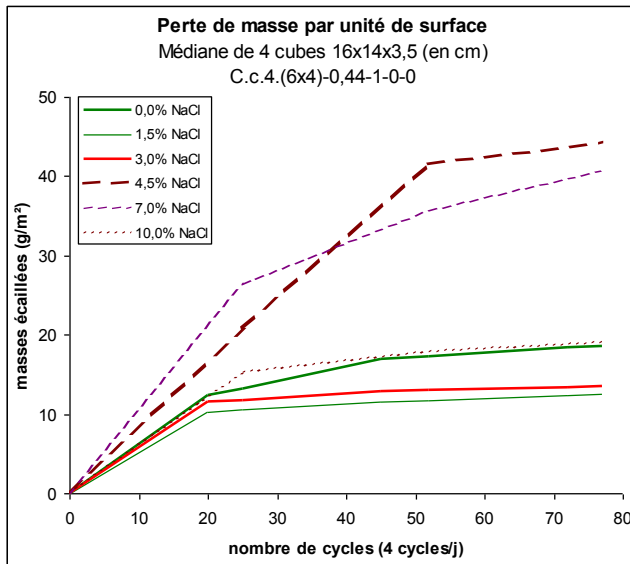


Figure 2.89 Série C.c.4(6x4)-0,44-1-0-0 - écaillage

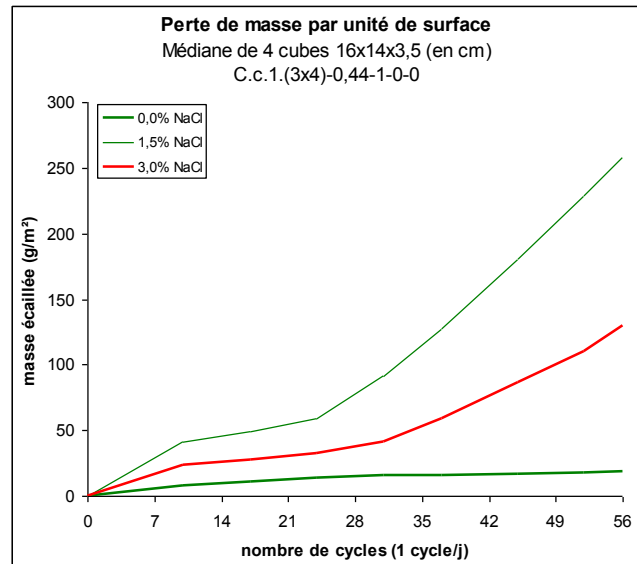


Figure 2.90 Série C.c.1(3x4)-0,44-1-0-0 - écaillage

La médiane des résultats de 4 corps d'épreuve à 56 cycles pour une exposition à 1 cycle par jour est plutôt faible avec 18 g/m<sup>2</sup> en présence d'une solution en surface d'eau déminéralisée, 258 g/m<sup>2</sup> pour une solution contenant 1,5% de NaCl et 130 g/m<sup>2</sup> pour une solution contenant 3% de NaCl. Ce dernier résultat est d'un ordre de grandeur cohérent avec les résultats de répétabilité à 3% de NaCl sur la même formule C.c.1.(12)-0,44-1-0-0 (cf. Figure 2.87) qui présente une moyenne de 228 g/m<sup>2</sup>.

Dans le cas d'une exposition à 4 cycles par jour les résultats sont plus faibles. La médiane des résultats de 4 corps d'épreuve est égale à 19 g/m<sup>2</sup> pour une exposition à 77 cycles et une solution de surface d'eau déminéralisée, 14 g/m<sup>2</sup> pour une solution contenant 1,5% de NaCl, 14 g/m<sup>2</sup> pour une solution contenant 3% de NaCl, 44 g/m<sup>2</sup> pour 4,5%, 41 g/m<sup>2</sup> pour 7% et 20 g/m<sup>2</sup> pour 10%.

### 2.4.3 RESULTATS D'ESSAIS SUR PRISMES PARTIELLEMENT IMMERGÉS

Ces essais sont réalisés sur prismes partiellement immergés. L'écaillage est exprimé comme la perte de masse relative à la masse initiale ( $m_0$ ) du corps d'épreuve et la masse au nième cycle ( $m_N$ ) est exprimée comme suit :

$$\text{Perte relative de masse} = \frac{m_0 - m_n}{m_0} = \frac{\Delta m}{m_0} \text{ (en \%)}.$$

L'écaillage est parfois exprimé en perte de masse par rapport à la surface exposée (en  $\text{g/m}^2$ ). Dans ce cas, il s'agit de la perte de masse cumulée sur la surface totale du prisme  $4 \times 4 \times 16$  (en cm). On notera que l'expression en perte de masse par unité de surface n'est pas directe depuis la perte de masse relative. Elle nécessite soit la connaissance de  $\Delta m$  pour réaliser le calcul soit la connaissance de  $m_0$  pour convertir le calcul initial.

Pour les séries composées de 3 prismes, le résultat de mesure est uniquement calculé selon la moyenne. La médiane est dans ce cas toujours égale au résultat individuel intermédiaire et n'apporte pas d'information significative aux résultats individuels bruts.

Pour les séries de répétabilité comportant 18 prismes, les résultats sont calculés à l'aide de la moyenne et de la médiane des résultats individuels.

#### 2.4.3.1 Mortier – variation de concentration de NaCl – série M.p.4.(6x3)-0,50-0-0-1

Cette série a été réalisée avec un mortier d'un rapport E/C = 0,50 sans aucun adjuvant ou ajout. Six séries de 3 prismes ont été partiellement immergées dans des solutions 0,0-1,5-3,0-4,5-7,0 et 10,0% de NaCl. Le cycle thermique est de type gel interne avec 4 cycles de gel-dégel par jour (cf. Figure 2.77). Les résultats d'écaillage sont reportés sur la Figure 2.91 et les mesures d'allongement relatif sur la Figure 2.92.

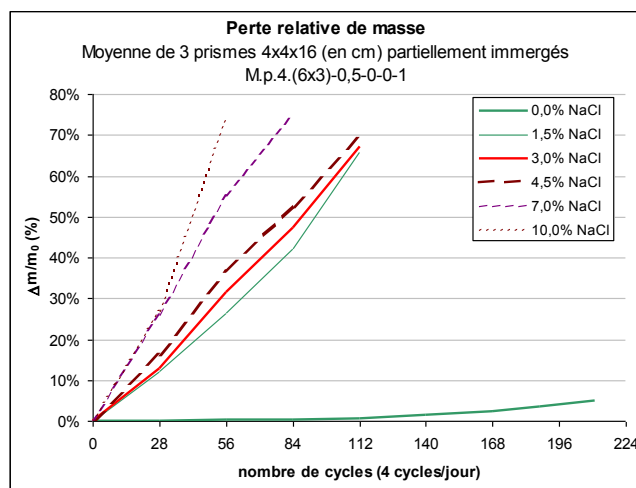


Figure 2.91 Série M.p.4.(6x3)-0,5-0-0-1 – écaillage

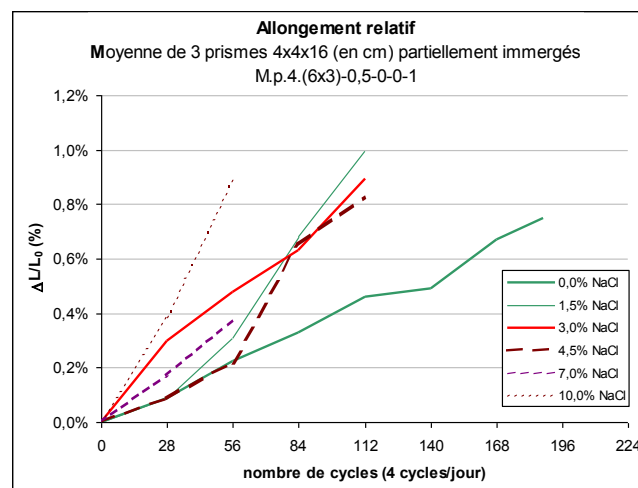


Figure 2.92 Série M.p.4.(6x3)-0,5-0-0-1 – allongement relatif

De manière générale, ce mortier présente une très faible résistance au gel interne et à l'écaillage. En présence de NaCl, les corps d'épreuve subissent une forte perte de masse en surface et le corps d'épreuve est détérioré avant la fin des 2 mois d'essai. Pour l'exposition à une solution contenant 10% de NaCl, le corps d'épreuve est entièrement détruit au bout de 2 semaines d'exposition aux cycles de gel-dégel, soit 56 cycles.

La perte de masse est très faible pour une exposition à 0% de NaCl et on note une stricte progression de la vitesse de détérioration de surface en fonction de la quantité de NaCl dans la solution d'immersion partielle. Ces résultats ne présentent donc pas un effet pessimum au regard de la concentration de NaCl contenue dans la solution.

À l'exception de l'exposition à l'eau sans NaCl, le coefficient de variation (évalué sur 3 prismes) est de l'ordre de 10%, ce qui est très faible pour ce type d'essai. La détérioration de surface est relativement faible pour l'exposition à 0% de NaCl avec une perte de masse de 4,9% et un coefficient de variation qui est par contre élevé et égal à 30% en fin d'essai.

Les mesures de la fréquence de résonance pour l'évaluation du module ne sont plus réalisables à partir d'une semaine d'essai (28 cycles). On constate un gonflement important pour l'ensemble des corps d'épreuve avec des pentes supérieures pour les essais contenant du NaCl. Les corps d'épreuve sont détériorés par gel interne quelle que soit la solution d'exposition, y compris sans sels, avec des allongements relatifs largement supérieurs à 0,04-0,05% (cf. section 1.4.1.1).

Cette première étape indique que l'essai sur prisme 4x4x16 (en cm) immergé et exposé à 4 cycles par jour est adapté à la réalisation d'un essai combiné gel-écaillage. La faible résistance au gel-dégel de ce matériau était prévisible en raison du rapport E/C élevé et de l'absence d'adjuvant entraîneur d'air. Pour la suite des essais, le rapport E/C est réduit à 0,44 et un adjuvant entraîneur d'air est intégré à la formule pour augmenter sa résistance aux cycles de gel-dégel en présence de sel.

#### *2.4.3.2 Mortier – répétabilité – série M.p.1.(18)-0,44-0-1-1*

Comme indiqué dans le paragraphe précédent, le rapport E/C est abaissé à 0,44 et un apport d'adjuvant entraîneur d'air (0,3% de Ciment) est réalisé. Dix-huit prismes 4x4x16 (en cm) ont été partiellement immergés dans une solution contenant 3% de NaCl et exposés à un cycle thermique de type écaillage, soit 1 cycle de gel-dégel par jour (cf. Figure 2.78).

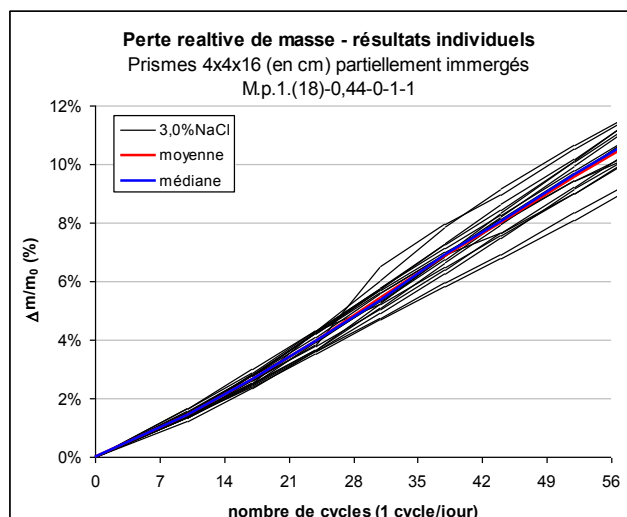


Figure 2.93 Série M.p.1(18)-0,44-0-1-1 - écaillage

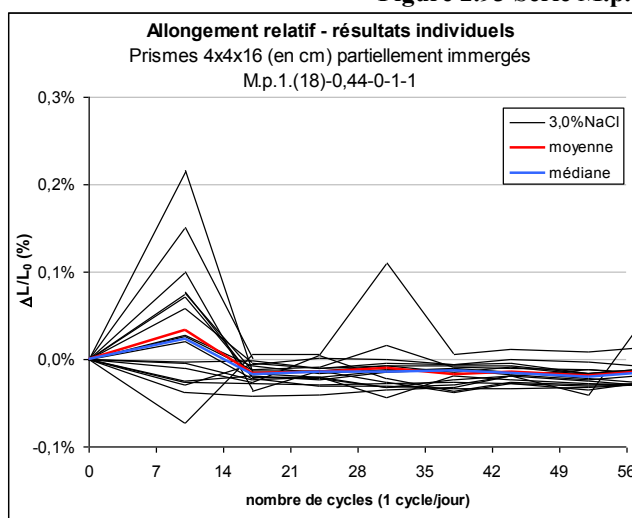


Figure 2.94 Série M.p.1(18)-0,44-0-1-1 – allongement relatif

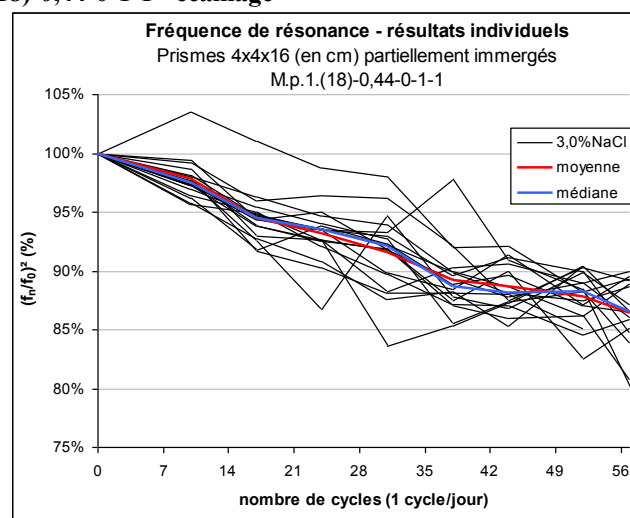


Figure 2.95 Série M.p.1(18)-0,44-0-1-1 – fréquence de résonance

Aucun des essais de cette série n'est interrompu avant la fin des 56 cycles. La perte de masse relative des résultats individuels est présentée dans la Figure 2.93. Les valeurs sont élevées avec une moyenne de 10,5% en fin d'essai (correspondance de résultat avec 1835 g/m<sup>2</sup>). Le coefficient de variation est de 7,0% ce qui constitue une très faible dispersion pour un résultat d'essai de perte de masse en surface.

Les mesures d'allongement relatif, reportées dans la Figure 2.94, sont parfois peu précises<sup>9</sup>, mais n'indiquent pas de gonflement des corps d'épreuve.

Par contre, dans la Figure 2.95, la chute relative de 86% du carré de la fréquence de résonance traduit une baisse importante du module d'élasticité. Le matériau présente donc une sensibilité importante au gel interne bien que le seuil de 75% ne soit pas atteint (cf. section 1.4.1.1).

#### 2.4.3.3 Mortier – variation de concentration de NaCl – série M.p.4.(6x3)-0,44-0-1-1

La formule du mortier est identique à la précédente. Des séries de 3 prismes 4x4x16 (en cm) ont

<sup>9</sup> Cette imprécision provient essentiellement des résidus qui s'interposent entre les plots de mesures.

été partiellement immergées dans une solution contenant 0,0-1,5-3,0-4,5-7,0 et 10% de NaCl et exposées à un cycle thermique de type gel interne et donc à 4 cycles de gel-dégel par jour (cf. Figure 2.77).

La résistance aux cycles de gel-dégel est légèrement plus importante que pour la série M.p.4.(6x3)-0,50-0-0-1 en raison de l'abaissement du rapport E/C et de l'ajout d'un adjuvant entraîneur d'air. Cela se traduit par une vitesse de détérioration plus faible en ce qui concerne la perte de masse relative (cf. Figure 2.96) et l'allongement relatif (cf. Figure 2.97). La perte de masse en surface est illustrée dans la Figure 2.98 pour une immersion partielle dans une solution contenant 0% et 3% de NaCl.

On note toutefois de nombreux points communs avec la série M.p.4.(6x3)-0,5-0-0-1 de la section 2.4.3.1, en particulier :

- l'impossibilité de réaliser les mesures de fréquence de résonance dès la première semaine d'essai,
- une faible perte de masse en surface (2,2%) lors d'une immersion partielle dans une solution sans agent agressif,
- un arrêt de l'essai suite à une détérioration trop importante pour les corps d'épreuve exposés à une solution contenant une concentration de NaCl supérieur à 3,0%.

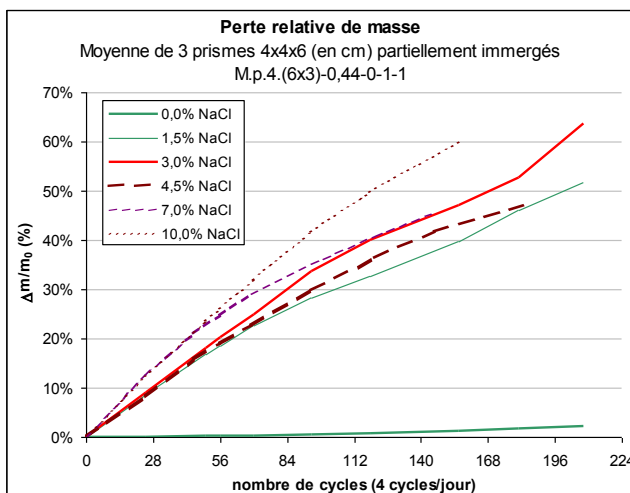


Figure 2.96 Série M.p.4.(6x3)0,44-0-1-1 - écaillage

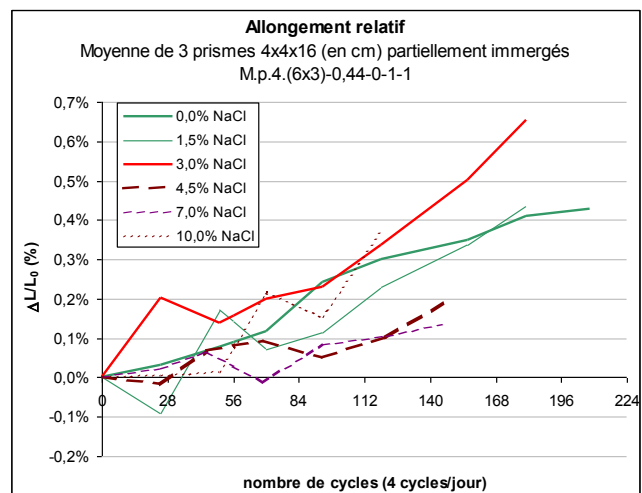


Figure 2.97 Série M.p.4.(6x3)0,44-0-1-1 – allongement relatif

Les différences essentielles avec l'essai M.p.4.(6x3)-0,50-0-0-1 de la section 2.4.3.1 sont :

- une perte relative de masse contenue dans un fuseau beaucoup plus étroit dès que la concentration de NaCl est supérieur à 0,0% dans la solution d'immersion partielle,
- une augmentation de la détérioration suivant la concentration de NaCl moins nette avec une inversion de la position des courbes de perte de masse relative à 3,0 et 4,5%,
- une pente des courbes d'allongement relatif du même ordre de grandeur pour l'ensemble des expositions.



Figure 2.98 Prisme de la série M.p.4.(6x3)-0,44-0-1-1 exposé à 181 cycles et 0% de NaCl (en haut), 156 cycles et 3% de NaCl (en bas)

#### 2.4.3.4 Coulis – répétabilité - Série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0

La formule de coulis est constituée d'une pâte cimentaire d'un rapport E/C=0,44 à laquelle on ajoute des micro-billes plastiques (2,07% du ciment en masse) mélangées au ciment lors de la fabrication.

Dix-huit prismes 4x4x16 (en cm) ont été partiellement immergés dans une solution contenant 3% de NaCl et exposés à un cycle thermique de type écaillage, soit 1 cycle de gel-dégel par jour (cf. Figure 2.78).

La perte relative de masse (cf. Figure 2.99) est faible avec une moyenne de 2,1% en fin d'essai (correspondance de résultat avec 300 g/m<sup>2</sup>). La dispersion est assez élevée avec un coefficient de variation calculé sur 18 essais égal à 34,0%.



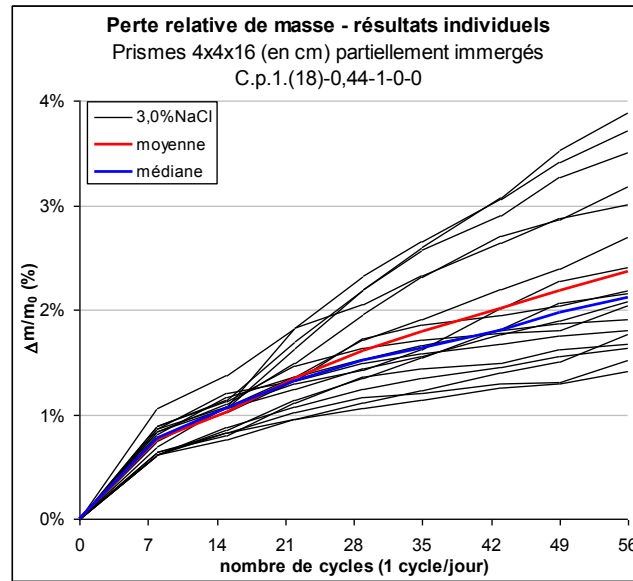


Figure 2.99 Série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 – écaillage

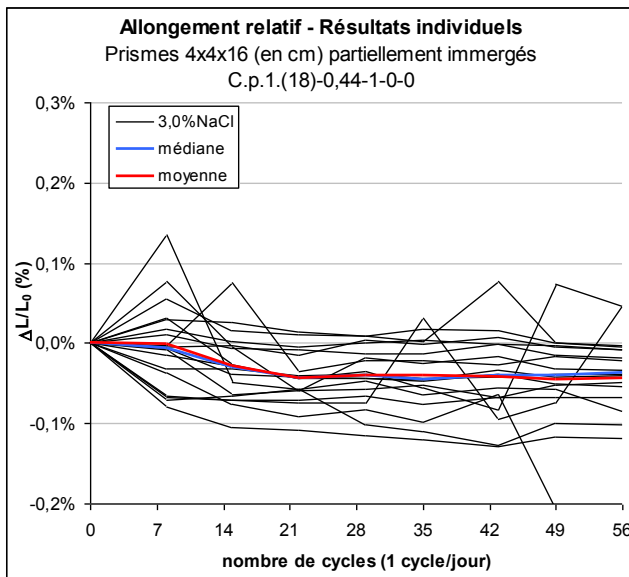


Figure 2.100 Série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 – allongement relatif

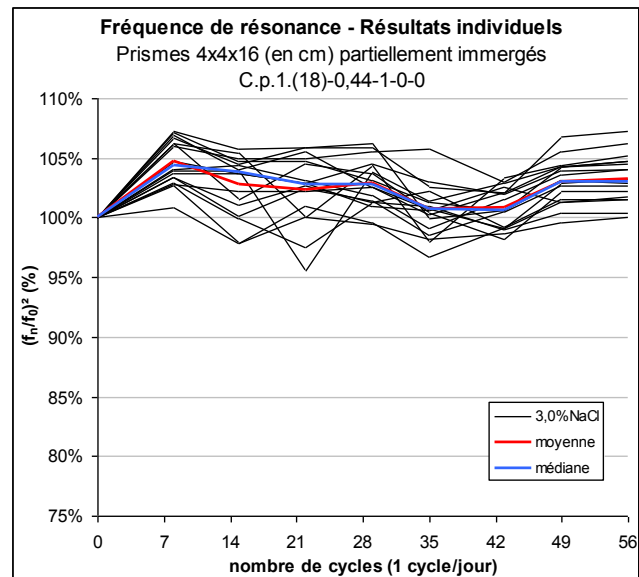


Figure 2.101 Série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 – fréquence de résonance

Les mesures d'allongement relatif (cf. Figure 2.100) n'indiquent pas de gonflement des éprouvettes et la stabilité de la fréquence de résonance (cf. Figure 2.101) traduit le maintien du module d'élasticité. Ce matériau résiste donc au gel interne durant les 56 cycles.

Il y a perte de masse de surface alors que l'on ne mesure aucune détérioration interne du matériau. Cette perte de masse s'effectue sous forme d'éclats qui présentent une répartition différente suivant la face exposée. On note des différences de dégradation entre la face supérieure, les faces latérales et la face fond de boîtier (cf. Figure 2.102). Afin d'identifier si l'origine de cette différence provient des conditions d'exposition ou du matériau, un essai avec 3 prismes ayant subi une rotation de 90° a été réalisé (cf. section 3.2.1.1.2).

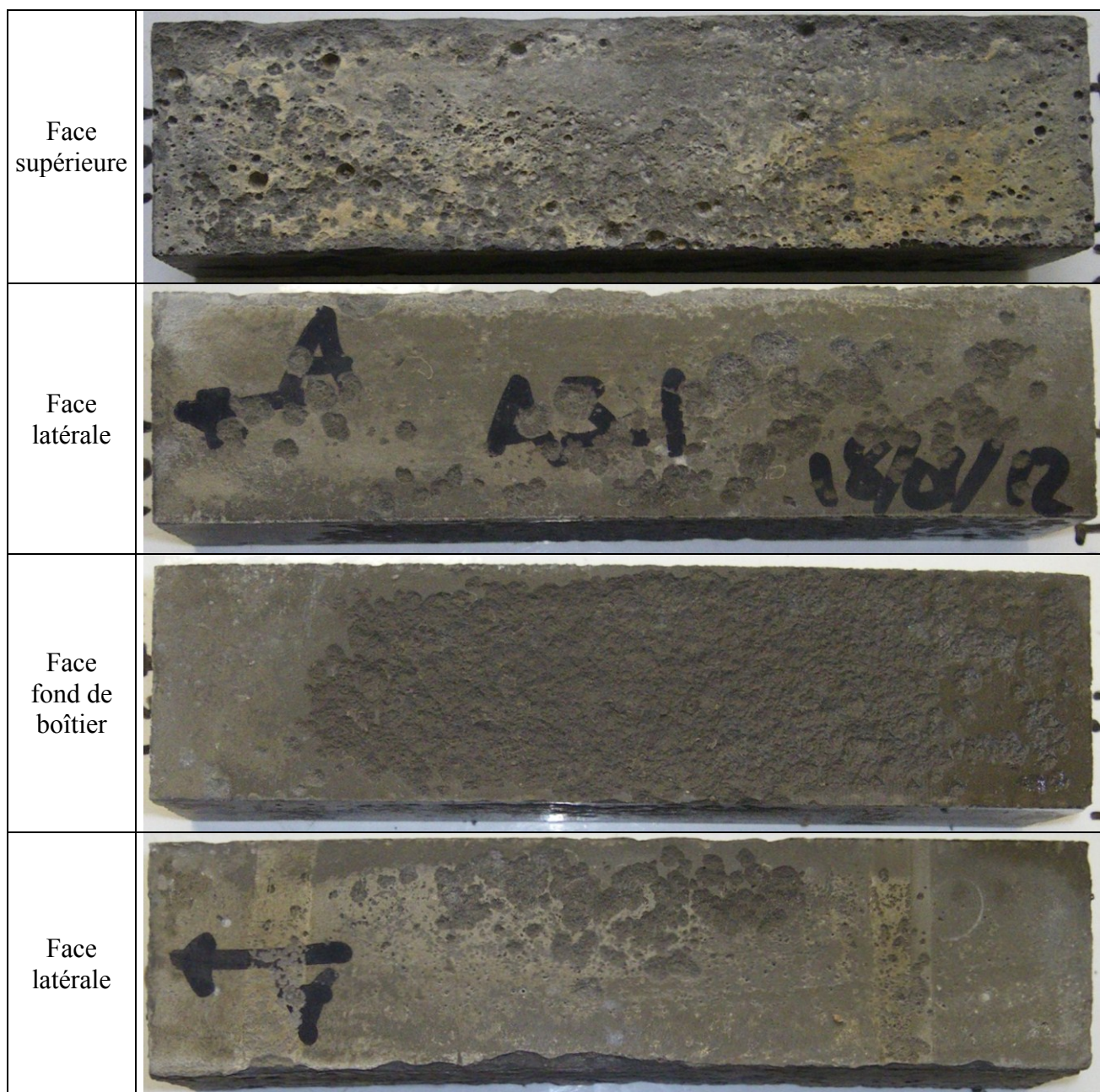


Figure 2.102 Faces extérieures de l'éprouvette de la série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 exposée à 22 cycles et 3% de NaCl

Un constat plus précis de cette répartition entre les différentes faces du corps d'épreuve est réalisé avec le même matériau dans le paragraphe suivant (cf. Figure 2.106 et Figure 2.107).

#### 2.4.3.5 Coulis – variation de concentration de NaCl – Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0

La formulation du coulis est identique à la série précédente. 6 séries de 3 prismes 4x4x16 (en cm) ont été partiellement immergées dans une solution contenant 0,0-1,5-3,0-4,5-7,0 et 10% de NaCl, et exposées à un cycle thermique de type gel interne, soit 4 cycles de gel-dégel par jour (voir Figure 2.77).

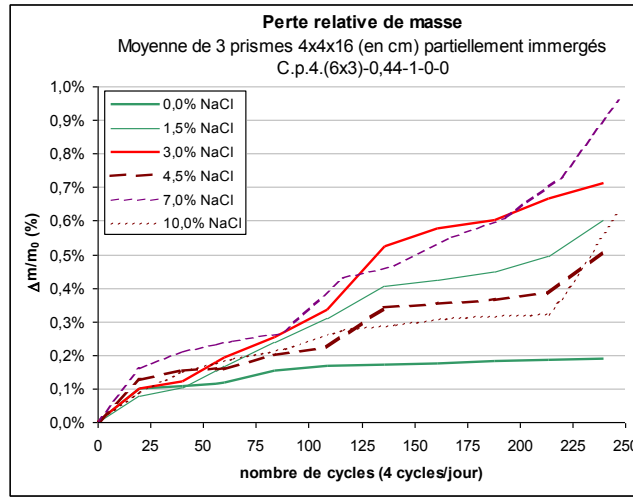


Figure 2.103 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – écaillage

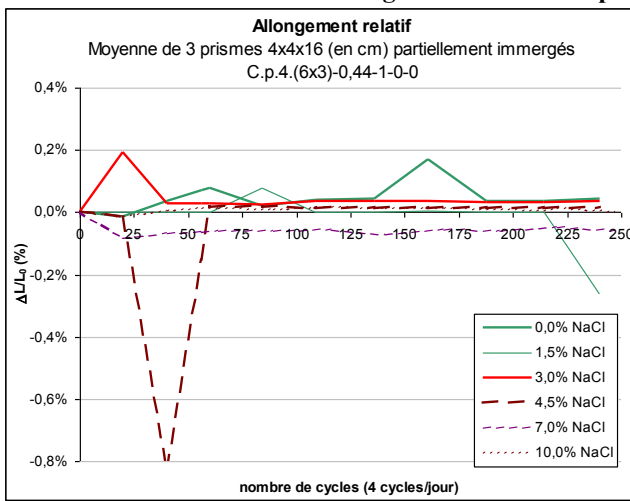


Figure 2.104 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – allongement relatif

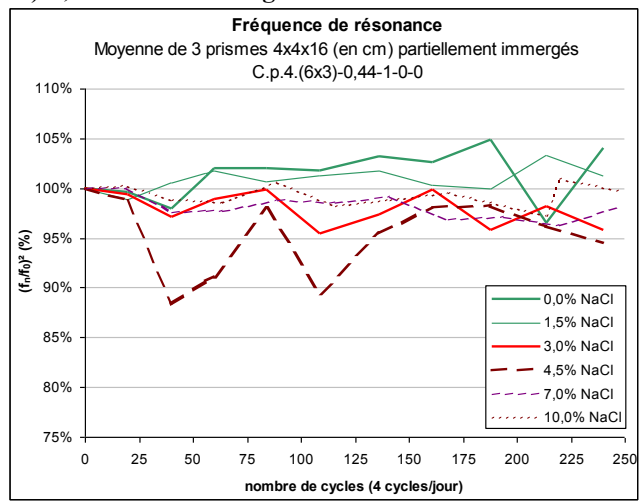


Figure 2.105 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – fréquence de résonance

La perte de masse relative (cf. Figure 2.104), égale à 0,7% (correspondance à 240 g/m<sup>2</sup>), est très faible en fin d'essai pour une immersion partielle dans une solution contenant 3% de NaCl. La stabilité des mesures d'allongement relatif (cf. Figure 2.105) et de la fréquence de résonance (cf. Figure 2.106) indique une très bonne résistance au gel interne.

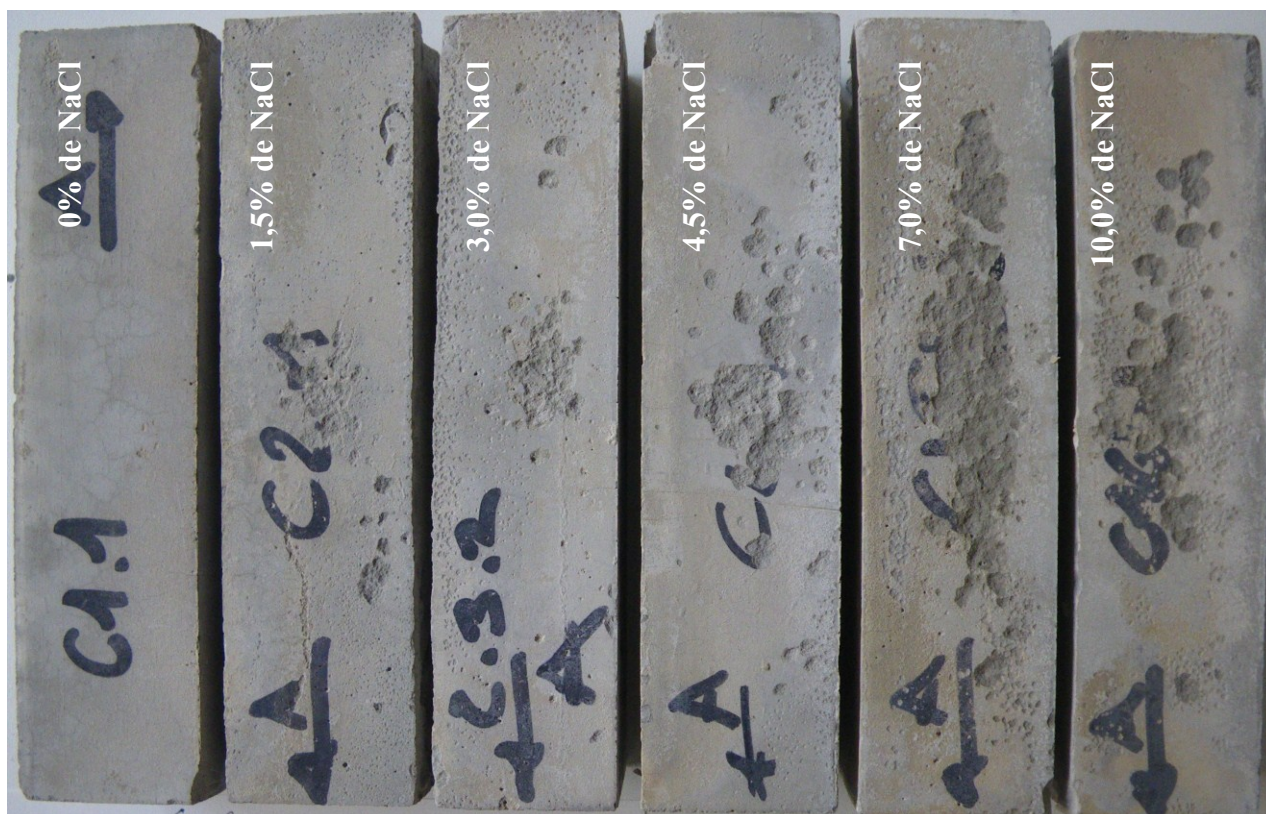


Figure 2.106 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – dégradation des faces latérales à 250 cycles



Figure 2.107 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – dégradation des faces fond de moule à 250 cycles

% NaCl	Niveau de dégradation		
	face supérieure	faces latérales	face fond de boîtier
0,0	+	+	+
1,5	+	++	++++
3,0	+	++	+++++
4,5	+	+++	++
7,0	+	+++++	+
10,0	+	+++	+

**Figure 2.108 Relevé visuel du niveau de dégradation en fonction de la concentration de NaCl et de la face exposée**

La Figure 2.106 illustre la dégradation à 250 cycles des faces latérales pour 0,0-1,5-3,0-4,5-7,0 et 10,0% de NaCl dans la solution d'immersion partielle. Le niveau de dégradation est maximal pour une exposition à 7,0% de NaCl. De même, la Figure 2.107 illustre la dégradation à 250 cycles des faces fond de moule pour une immersion partielle dans une solution contenant 0,0-1,5-3,0-4,5-7,0 et 10,0% de NaCl. Le niveau de dégradation est maximal pour une exposition à 3,0% de NaCl. Cette observation visuelle de la dimension et de la répartition des écailles permet d'établir le constat d'un niveau de dégradation reporté dans le tableau de la Figure 2.108. Ces résultats sont cohérents avec l'effet pessimum observé sur béton. On note cependant que la quantité de masse écaillée qui apparaît comme sensiblement équivalente pour l'exposition à 1,5% et 10% provient essentiellement de la face fond de boîtier dans le premier cas (correspondance avec la face fond de moule lors de la fabrication) et des faces latérales dans le second cas.

Ce point sera analysé plus en détail dans la section 3.2.1.2.

#### *2.4.3.6 Coulis – variation de concentration de NaCl – Série C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0*

Cet essai est identique au précédent à l'exception du cycle thermique qui est de type écaillage, soit 1 cycle de gel-dégel par jour (cf. Figure 2.78). Les constats réalisés sur l'essai précédent C.p.4.(6x3)0,44-1-0-0 (section 2.4.3.5) sont identiques sur cette série à l'exception d'une perte de masse en surface plus importante. Les courbes de perte de masse en fonction du nombre de cycles sont reportées dans la Figure 2.109, les courbes d'allongement relatif dans la Figure 2.110 et celles de fréquence de résonance dans la Figure 2.111.

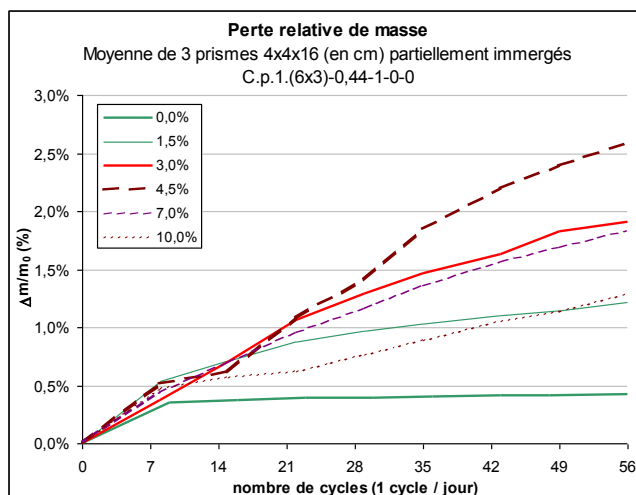


Figure 2.109 Série C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 – écaillage

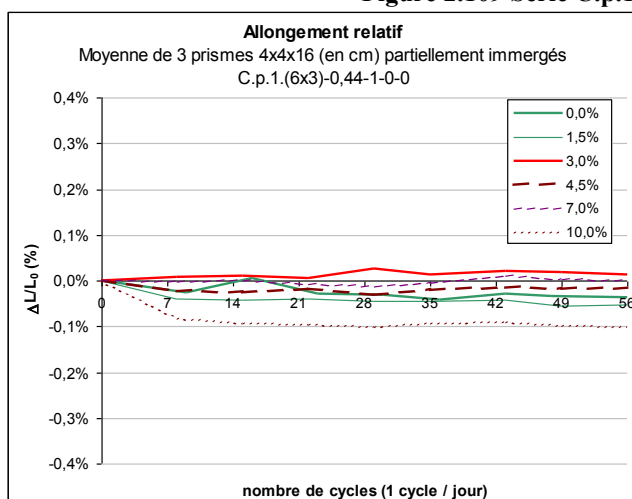


Figure 2.110 Série C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 – allongement relatif

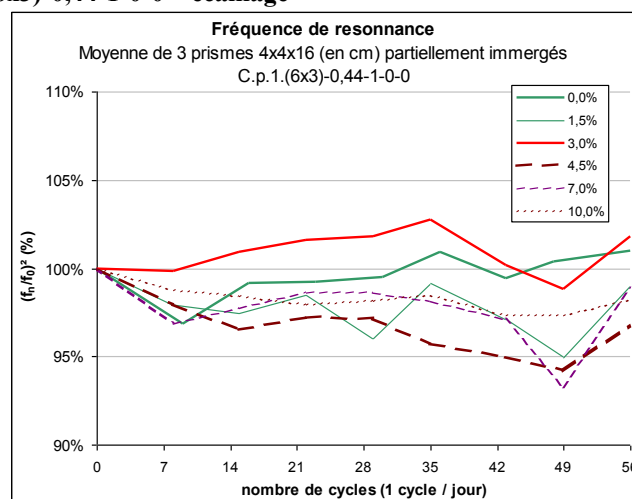


Figure 2.111 Série C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 – fréquence de résonance

Le résultat de l'exposition à 3% de NaCl sur cette série est cohérent avec les résultats obtenus sur la série d'essais de répétabilité de la même formule C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 (voir section 2.4.3.4).

#### 2.4.3.7 Coulis – variation de concentration de C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub> – Série C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0

Hormis le remplacement du NaCl par du mono-éthylène de glycol, cette série est en tout point identique à la série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 (voir section 2.4.3.5). Les résultats d'essais sont très similaires entre ces deux séries.

On note :

- une perte de masse faible en fin d'essai qui est de 0,7% (correspondance à 268 g/m<sup>2</sup>) pour une immersion partielle dans une solution contenant 3% de C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub> (cf. Figure 2.112),
- une stabilité des mesures d'allongement relatif (cf. Figure 2.113) et de la fréquence de résonance (cf. Figure 2.114) indiquant une très bonne résistance au gel interne.

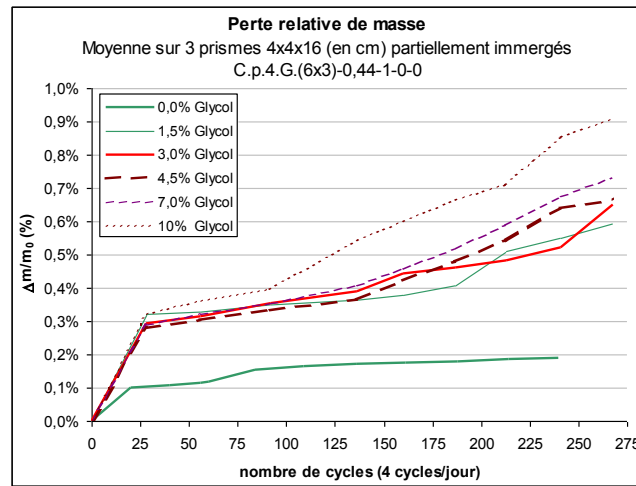


Figure 2.112 Série C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0 – écaillage

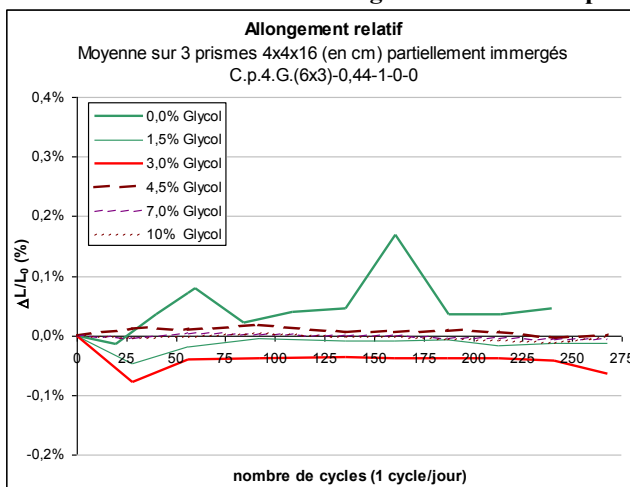


Figure 2.113 Série C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0 – allongement relatif

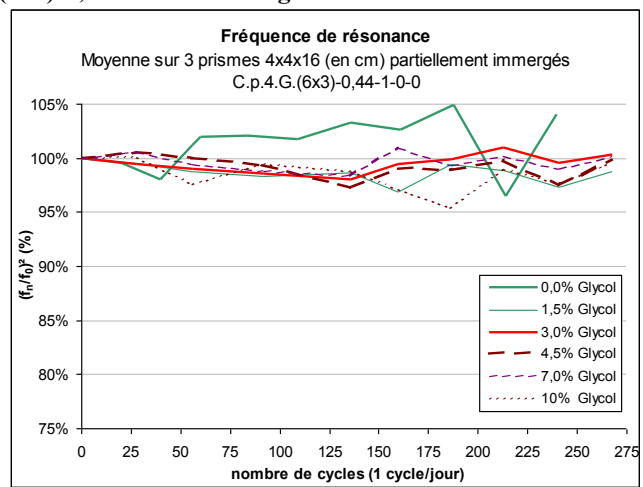


Figure 2.114 Série C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0 – fréquence de résonance

#### 2.4.3.8 Variation de la formulation du matériau – 3% NaCl – cycle de type écaillage

Lors de ces essais, les coulis sont composés d'une même base de pâte cimentaire contenant 0-½-1 et 2 unités de micro-billes plastiques (cf. section 2.4.1.3.1). Trois variations de formule sur le mortier ont également été testées : l'ajout d'une unité de micro-billes plastiques dans la formule de base, le passage à ½ unité de micro-billes plastiques et ½ quantité de sable et enfin l'ajout à la précédente formule de ½ unité d'adjuvant entraîneur d'air. Ces 6 formules sont les 6 dernières du tableau de la Figure 2.79. Les séries sont composées de 3 prismes soumis à un cycle de gel de type écaillage (cf. Figure 2.78) et 3% de NaCl. La nomenclature de ces séries est, pour les coulis : C.p.1.(3)-0,44-x-0-0, et pour les mortiers : M.p.1.(3)-0,44-x-x-x.

Pour une meilleure lisibilité à des fins de comparaison, les moyennes des résultats des séries d'essais C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 et M.p.1.(18)-0,44-0-1-1, déjà présentées dans les paragraphes précédents, sont reportées sur la Figure 2.115, la Figure 2.116 et la Figure 2.117.

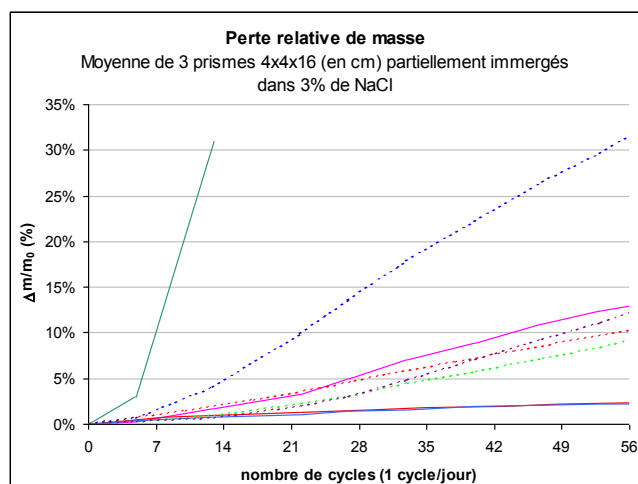


Figure 2.115 Variation de formule C.p.1. et M.p.1. – écaillage

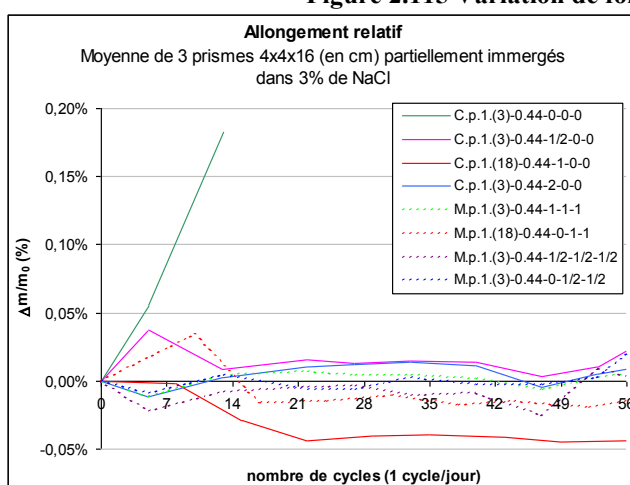


Figure 2.116 Variation de formule C.p.1. et M.p.1. – allongement relatif

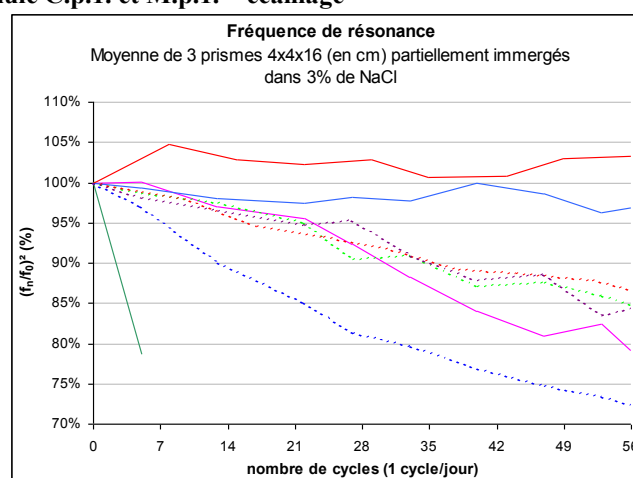


Figure 2.117 Variation de formule C.p.1. et M.p.1. – fréquence de résonance

Les différentes formules de matériau présentent une perte de masse relative (cf. Figure 2.115) qui peut se classer en quatre groupes :

- faible, à 2,3% (ou 274 g/m<sup>2</sup>) pour la formule la plus résistante C.p.1.(3)-0,44-2-0-0,
- moyenne à environ 10% pour M.p.1.(18)-0,44-0-1-1, M.p.1.(3)-0,44-1-1-1, et M.p.1.(3)-0,44-1/2-1/2-1/2,
- élevée à environ 30% pour M.p.1(3)-0,44-0-1/2-1/2,
- très élevée avec un arrêt de l'essai après 2 semaines soit environ 14 cycles pour le coulis sans aucun ajout C.p.1.(3)-0,44-0-0-0.



Le coulis sans ajout, C.p.1.(3)-0,44-0-0-0, présente 2 phases observables de détérioration (voir la Figure 2.118 et la Figure 2.119) :

- 1ère phase : la formation d'éclats de grande dimension en surface, accompagnée d'un gonflement et d'une chute brutale de la fréquence de résonance et donc du module d'élasticité. Ces éclats sont circulaires en surface et sphériques dans la masse du corps d'épreuve. Ce phénomène est local et la répartition ne semble pas structurée,
- 2ème phase : apparition d'une macro fissuration interne et totale du matériau. Les mesures de fréquence de résonance ou d'allongement relatif ne sont alors plus réalisables. Ce phénomène de macro-fissuration est global avec une structure linéaire dans l'axe principal du prisme.

Pour le coulis avec  $\frac{1}{2}$  unité de micro-billes plastiques, C.p.1.(3)-0,44- $\frac{1}{2}$ -0-0, on n'observe que des éclats de surface dont la dimension est moins importante. Les mesures de fréquence de résonance indiquent une chute du module d'élasticité avec  $(f/f_0)^2=79\%$ . Par contre, on ne mesure pas un allongement relatif significatif.

Le matériau contenant 2 unités de micro-billes plastiques C.p.1.(3)-0,44-2-0-0 est très résistant au gel et à l'écaillage. Les mesures sont identiques à celles de la série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 (voir section 2.4.3.4) avec une perte de masse relative de 2,3% (correspondance avec 300 g/m<sup>2</sup> environ). On ne note pas d'allongement relatif ni de chute du module d'élasticité par mesures ultra-sonores. Les écailles sont de dimensions similaires à celles obtenues sur le matériau C.p.1.(3)-0,44- $\frac{1}{2}$ -0-0 mais en moindre quantité.

De manière générale, les coulis contenant un ajout de micro-billes plastiques présentent des éclats approximativement circulaires en surface, sans structure d'ensemble mais dont la répartition est homogène suivant les faces exposées. Comme présenté dans la section 2.4.3.5, on note des différences de dimension et de densité d'éclats entre la face supérieure, la face fond de moule et les faces latérales.

Les mortiers d'un rapport E/C=0,44 contenant un A.E.A. ne présentent aucun gonflement. Le mortier M.p.1.(3)-0,44-0- $\frac{1}{2}$ - $\frac{1}{2}$  est le plus détérioré avec une perte relative de masse de 32% et une conservation du module d'élasticité de 72%.

La résistance au gel des mortiers M.p.1.(18)-0,44-0-1-1, M.p.1.(3)-0,44-1-1-1, et M.p.1.(3)-0,44- $\frac{1}{2}$ - $\frac{1}{2}$ - $\frac{1}{2}$  est sensiblement équivalente au regard des incertitudes de mesure. Pour ces matériaux, la conservation du module d'élasticité est d'environ 85% et la perte relative de masse d'environ 10,0%. Ces trois mortiers présentent des résultats de mesure similaires au coulis C.p.1.(3)-0,44- $\frac{1}{2}$ -0-0.

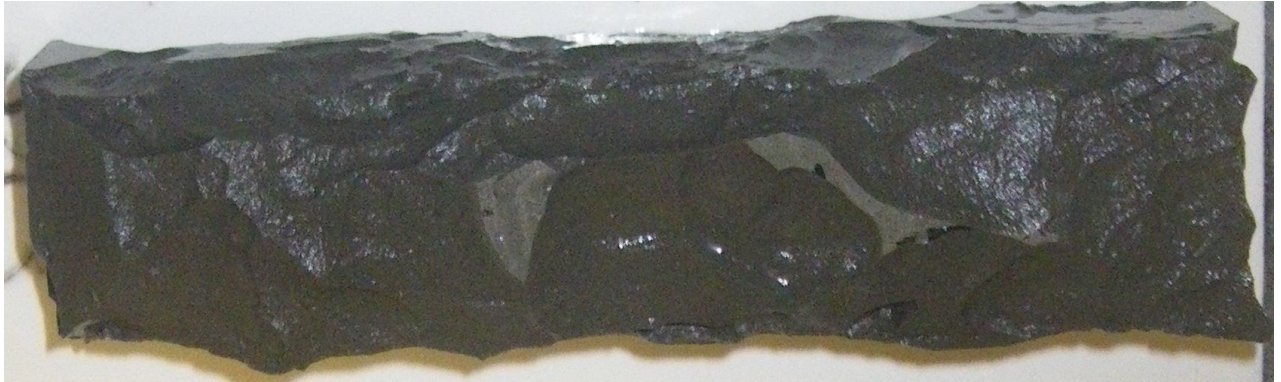


Figure 2.118 Coulis sans adjuvant ni ajout, C.p.1.(3)-0,44-0-0-0, partiellement immergé dans 3% de NaCl après 13 cycles de type écaillage (1 cycle/jour)



Figure 2.119 Coulis sans adjuvant ni ajout, C.p.1.(3)-0,44-0-0-0, partiellement immergé dans 3% de NaCl après 22 cycles de type écaillage (1 cycle/jour)

#### 2.4.4 SYNTHÈSE DES RESULTATS DE GEL INTERNE ET ECAILLAGE SUR COULIS ET MORTIER

Les résultats d'essais sur corps d'épreuve 16x14x3,5 (en cm) sont présentés comme il suit :

- cubes de mortier dans la Figure 2.121,
- cubes de coulis dans la Figure 2.120, la Figure 2.122 et la Figure 2.123.

De manière générale, ces essais présentent la difficulté, après application de quelques cycles de gel-dégel, du maintien de la solution de surface d'une épaisseur comprise entre 3 et 5 mm et des défauts de répartition hydriques au cours de l'essai. Le premier constat traduit une augmentation de la perméabilité du corps d'épreuve au cours de l'essai qui peut mettre en défaut sa représentativité. Le second constat indique que l'hétérogénéité de la répartition hydrique existe au cours de l'essai malgré un démarrage de l'essai après un maintien en eau durant 28 jours, et donc une répartition hydrique initialement homogène au sein du corps d'épreuve. Ce type d'essai n'a donc pas été poursuivi pour réaliser un plus grand nombre d'essais partiellement immergés sur prisme 4x4x16 (en cm).

La synthèse des résultats d'essais sur prismes est réalisée comme il suit :

- prismes de mortier partiellement immergés de la Figure 2.124 à la Figure 2.126,
- prismes de coulis partiellement immergés de la Figure 2.127 à la Figure 2.130,
- prismes de formule variées (coulis et mortier) dans la Figure 2.131.

Synthèse - C.c.1.(12)-0,44-1-0-0	
Paramètre testé	Répétabilité à 3% de NaCl
Moyenne (masse écaillée) <sub>56 cycles</sub> =228 g/m <sup>2</sup>	
Dispersion de (m) <sub>56</sub> élevée, $\sigma/\mu = 51\%$ (12 échantillons)	

Figure 2.120 Synthèse – C.c.1.(12)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.2.1)

Synthèse - M.c.1.(12)-0,44-0-1-1	
Paramètre testé	Répétabilité à 3% de NaCl
Moyenne (masse écaillée) <sub>56 cycles</sub> =217 g/m <sup>2</sup>	
Dispersion de (m) <sub>56</sub> élevée, $\sigma/\mu = 60\%$ (12 échantillons)	

Figure 2.121 Synthèse – M.c.1.(12)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.2.1)

Synthèse - C.c.4.(6x4)-0,44-1-0-0	
Paramètre testé	variation de NaCl
Écaillage très faible	
Percolation de la solution au travers du corps d'épreuve, atteinte rapide d'un palier	

Figure 2.122 Synthèse – C.c.4.(6x4)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.2.2)

Synthèse – C.c.1.(3x4)-0,44-1-0-0	
Paramètre testé	Variation de NaCl
Moyennes (masse écaillée) <sub>56 cycles</sub> =18 g/m <sup>2</sup> pour 0% de NaCl, 258 g/m <sup>2</sup> pour 1,5% et 130 g/m <sup>2</sup> pour 3%	
Percolation de la solution au travers du corps d'épreuve	

Figure 2.123 Synthèse – C.c.1.(6x4)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.2.2)

<b>Synthèse - M.p.4.(6x3)-0,5-0-0-1</b>	
<b>Paramètre testé</b>	<b>Variation NaCl</b>
0% de NaCl	$(\Delta m/m_0)_{200}=4,9\%$ relativement faible mais $(\Delta L/L_0)_{200}=0,7\%$ très élevé
	Forte dispersion de $\Delta m/m_0$ , $\sigma/\mu$ (3 échantillons) de 100%
	Perte de masse par éclats localisés
1,5 à 10,0% de NaCl	Détérioration totale pour $80 < (n=\text{fin d'essai}) < 130$ cycles et $(\Delta L/L_0)_{n=\text{fin d'essai}} > 0,4\%$
	Dispersion moyenne de $(\Delta m/m_0)$ , $4\% < \sigma/\mu$ (3 échantillons) $< 18\%$
	Perte de masse par couche (gélidissolution de surface)
Mesures $(f^2/f_0^2)$ non réalisables dès la première semaine d'essai (28 cycles)	
Pas d'effet pessimum, mais constante augmentation de $(\Delta m/m_0)$ avec la concentration de NaCl	

Figure 2.124 Synthèse - M.p.4.(6x3)-0,5-0-0-1 (détail section 2.4.3.1)

<b>Synthèse - M.p.1.(18)-0,44-0-0-1</b>	
<b>Paramètre testé</b>	<b>Répétabilité à 3% de NaCl</b>
Moyennes $(\Delta m/m_0)_{56}=10,5\%$ - $(\Delta L/L_0)_{56}=0\%$ - $(E/E_0)_{56}=86\%$	
Très faible dispersion de $(\Delta m/m_0)_{56}$ , $\sigma/\mu = 7\%$ (18 échantillons)	

Figure 2.125 Synthèse - M.p.1.(18)-0,44-0-0-1 (détail section 2.4.3.2)

<b>Synthèse - M.p.4.(6x3)-0,44-0-1-1</b>	
<b>Paramètre testé</b>	<b>Variation NaCl</b>
0% de NaCl	$(\Delta m/m_0)_{200}=2,2\%$ relativement faible mais $(\Delta L/L_0)_{200}=0,4\%$ très élevé
	Forte dispersion, coefficient de variation (3 résultats) de 50% sur $(\Delta m/m)$
1,5 à 10,0% de NaCl	Détérioration totale pour $n > 200$ et $(\Delta L/L_0)_n > 0,15\%$ reste élevé pour $n > 80$
	Très faible dispersion, coefficient de variation (3 résultats) $< 10\%$ sur $(\Delta m/m_0)$
	$(\Delta L/L_0)_{n>80} > 0\%$ alors que pour 1 cycle/jour $(\Delta L/L_0)_{56}=0\%$ (Figure 2.125)
Mesure $(f^2/f_0^2)$ non réalisables dès la première semaine d'essai (28 cycles)	
Pas d'effet pessimum, mais constante augmentation de $(\Delta m/m_0)_{200}$ avec la concentration de NaCl	

Figure 2.126 Synthèse - M.p.4.(6x3)-0,44-0-1-1 (détail section 2.4.3.3)

<b>Synthèse - C.p.1.(18)-0,44-1-0-0</b>	
<b>Paramètre testé</b>	<b>Répétabilité à 3% de NaCl</b>
Moyennes $(\Delta m/m_0)_{56}=2,1\%$ - $(\Delta L/L_0)_{56}=0\%$ - $(E/E_0)_{56}=100\%$	
Dispersion élevée de $(\Delta m/m_0)_{56}$ , $\sigma/\mu = 34\%$ (18 échantillons)	
Répartition de l'écaillage suivant face d'exposition	

Figure 2.127 Synthèse - C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.3.4)

<b>Synthèse - C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0</b>	
<b>Paramètre testé</b>	<b>Variation NaCl</b>
0% de NaCl	$(\Delta m/m_0)_{240}=0,2\%$ presque nul, $(\Delta L/L_0)_{240}=0\%$ et $(E/E_0)=100\%$
	Forte dispersion, coefficient de variation (3 résultats) de 56% sur $(\Delta m/m_0)$
1,5 à 10,0% de NaCl	$0,5\% < (\Delta m/m_0)_{240} < 1\%$ très faible, $(\Delta L/L_0)_{240}=0\%$ et $(E/E_0)_{240} = \text{env. } 100\%$
	Dispersion moyenne de $(\Delta m/m_0)_{240}$ , $11\% < \sigma/\mu$ (3 résultats) $< 31\%$
Effet pessimum $(\Delta m/m_0)_{240}$ autour de 3% pour la face inférieure (ép. de la solution 6,8 mm)	
Effet pessimum $(\Delta m/m_0)_{240}$ autour de 7% pour les faces latérales (ép. de la solution 6,8 mm)	

Figure 2.128 Synthèse - C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.3.5)

<b>Synthèse - C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0</b>	
<b>Paramètre testé</b>	<b>Variation NaCl</b>
0% de NaCl	$(\Delta m/m_0)_{56}=0,4\%$ presque nul, $(\Delta L/L_0)_{56}=0\%$ et $(E/E_0)_{56}=100\%$
	Dispersion moyenne de $(\Delta m/m)$ , $\sigma/\mu=21\%$ (3 échantillons)
1,5 à 10,0% de NaCl	$1,2\% < (\Delta m/m_0)_{56} < 2,6\%$ , $(\Delta L/L_0)_{56}=0\%$ et $(E/E_0)_{56}= \text{env. } 100\%$
	Dispersion plutôt faible de $(\Delta m/m)_{56}$ , $7\% < \sigma/\mu$ (3 résultats) $< 12\%$
	Répartition des éclats suivant face d'exposition (ordre de grandeur sur face fond de boîtier $>$ faces latérales)
Effet pessimum $(\Delta m/m_0)_{56}$ autour de 3% pour la face inférieure (ordre de grandeur couvre les écarts avec les faces latérales)	

Figure 2.129 Synthèse - C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.3.6)

<b>Synthèse - C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0</b>	
<b>Paramètre testé</b>	<b>Variation de mono éthylène de glycol <math>C_2H_6O_2</math></b>
0% de $C_2H_6O_2$	$(\Delta m/m_0)_{240}=0,2\%$ presque nul, $(\Delta L/L_0)_{240}=0\%$ et $(E/E_0)_{240}=100\%$
	Dispersion élevée de $(\Delta m/m)$ , $\sigma/\mu=56\%$ (3 échantillons)
1,5 à 10,0% de $C_2H_6O_2$	$0,6\% < (\Delta m/m_0)_{268} < 0,9\%$ très faible, $(\Delta L/L_0)_{268}=0\%$ et $(E/E_0)_{268}= \text{env. } 100\%$
	Dispersion moyenne de $(\Delta m/m_0)_{268}$ , $4\% < \sigma/\mu$ (3 résultats) $< 31\%$
	Répartition des éclats suivant face d'exposition
Effet pessimum $(\Delta m/m_0)_{268}$ vers 3% pour les faces inférieures, maximum à 10% pour les faces latérales	

Figure 2.130 Synthèse - C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.3.7)

<b>Synthèse sur la variation de la formule du matériau</b>	
C.p.1.(3)-0,44-0-0-0	
	$13 < n < 22$ , macro fissuration dans la masse (gélidisjonction à cœur)
	$n > 22$ , détérioration complète des échantillons
C.p.1.(3)-0,44-1/2-0-0	
	$(\Delta m/m_0)_{56}=12,9\%$ , $(\Delta L/L_0)_{56}=0,02\%$ et $(E/E_0)=72\%$
	Dispersion moyenne de $(\Delta m/m_0)_{56}$ , $\sigma/\mu=12\%$ (3 échantillons)
	Détérioration par éclats de surface identique à C.p.4.(18)-0,44-1-0-0, C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0, et C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0, mais d'intensité supérieure
C.p.1.(18)-0,44-1-0-0	
	Voir Figure 2.127 ou section 2.4.3.4
C.p.1.(3)-0,44-2-0-0	
	$(\Delta m/m_0)_{56}= \text{env. } 2,4\%$ , $(\Delta L/L_0)_{56}=0\%$ et $(E/E_0)_{56}=100\%$
	Dispersion faible, $\sigma/\mu=9\%$ (3 échantillons)
M.p.1.(3)-0,44-1-1-1	
	$(\Delta m/m_0)_{56}=9,1\%$ , $(\Delta L/L_0)_{56}=0\%$ et $(E/E_0)=85\%$
	Dispersion très faible de $(\Delta m/m_0)_{56}$ , $\sigma/\mu=5\%$ (3 échantillons)
M.p.1.(18)-0,44-0-1-1	
	Voir Figure 2.125 ou section 2.4.3.2
M.p.1.(18)-0,44-1/2-1/2-1/2	
	$(\Delta m/m_0)_{56}=12,1\%$ , $(\Delta L/L_0)_{56}=0\%$ et $(E/E_0)=83\%$
	Dispersion très faible de $(\Delta m/m_0)_{56}$ , $\sigma/\mu=5\%$ (3 échantillons)
M.p.1.(18)-0,44-1/2-1/2-1/2	
	$(\Delta m/m_0)_{56}=31,6\%$ , $(\Delta L/L_0)_{56}=0,02\%$ et $(E/E_0)=72\%$
	Dispersion très faible de $(\Delta m/m_0)_{56}$ , $\sigma/\mu=1\%$ (3 échantillons)

Figure 2.131 Synthèse - Variation de la formulation du matériau (détail section 2.4.3.8)

# Chapitre 3

## ANALYSE DES RESULTATS

### SOMMAIRE

<b>Introduction générale</b>	<b>13</b>
<b>Chapitre 1 Phénoménologie du gel des bétons : revue bibliographique</b>	<b>17</b>
<b>Chapitre 2 Étude expérimentale</b>	<b>71</b>
<b>Chapitre 3 Analyse des résultats</b>	<b>157</b>
<b>3.1 Caractérisation de la résistance au gel d'un béton à l'aide du facteur d'espacement et de l'essai normalisé d'écaillage</b> .....	<b>159</b>
3.1.1 Synthèse de l'évaluation du $L_{\text{barre}}$ par analyse d'image.....	159
3.1.2 Analyse statistique du résultat d'essai normalisé d'écaillage.....	162
3.1.3 Nouvelle interprétation du résultat d'essai d'écaillage.....	166
3.1.4 Synthèse de l'analyse statistique de l'essai normalisé d'écaillage .....	168
<b>3.2 Approche globale de la résistance au gel en présence de sels d'un matériau cimentaire par essais performantiels</b> .....	<b>170</b>
3.2.1 Conditions d'exposition.....	170
3.2.2 Mesures de fréquence de résonance, gonflement, et écaillage .....	180
3.2.3 Répétabilité des mesures de perte de masse, fréquence de résonance et allongement relatif.....	183
3.2.4 Matériaux testés.....	185
3.2.5 Synthèse .....	197
<b>3.3 Proposition de mécanismes de dégradation</b> .....	<b>200</b>
3.3.1 Mode de solidification de la solution de surface.....	200
3.3.2 Mécanismes de dégradation par couche.....	202
3.3.3 Mécanisme de dégradation par éclats de surface .....	203
<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>207</b>
<b>Références bibliographiques</b>	<b>211</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>217</b>
<b>Annexes</b>	<b>225</b>



### 3.1 CARACTERISATION DE LA RESISTANCE AU GEL D'UN BETON A L'AIDE DU FACTEUR D'ESPACEMENT ET DE L'ESSAI NORMALISE D'ECAILLAGE

La section 1.5.2 présente une approche de la résistance au gel d'un béton traditionnel effectuée en deux étapes.

Dans un premier temps, la résistance au gel interne a été validée. La détermination du facteur d'espacement, le  $L_{\text{barre}}$ , a permis de caractériser le réseau de bulles d'air contenues dans la pâte cimentaire. Un facteur d'espacement faible (voir seuils dans la Figure 1.68) est une condition suffisante pour valider réglementairement la résistance au gel interne des bétons traditionnels.

Dans un second temps, et seulement si les conditions d'expositions le rendent nécessaire (cf. Figure 1.67), un essai performantiel d'écaillage qualifie la résistance au gel en présence de sel d'un béton traditionnel. Cette problématique a été développée plus en détail dans la section 2.1 dans laquelle sont définis les enjeux et les objectifs des travaux expérimentaux développés dans le Chapitre 2.

La section 2.2 a présenté une méthode automatisée et autonome d'évaluation de la surface de pâte et du facteur d'espacement ( $L_{\text{barre}}$ ) dans un béton durci à l'aide de l'analyse d'image. Des essais croisés ont été réalisés entre la méthode de calcul reposant sur les données issues des procédures développées par analyse d'image (norme NF EN 480-11) et la méthode « historique » de comptage manuel par opérateur (norme ASTM C457). Une synthèse des résultats est présentée dans la section 3.1.1.

L'objectif de la section 2.3 était d'améliorer la connaissance de l'essai normalisé d'écaillage français XP P 18-420 au travers de trois thématiques clairement identifiées : la caractérisation de la répétabilité du résultat d'essai, l'influence de la concentration de NaCl dans la solution de surface avec la caractérisation de l'effet pessimum, et l'influence de la pénétration du NaCl dans le béton lors du déroulement de l'essai.

L'analyse de la répétabilité de l'essai normalisé d'écaillage est traitée dans la section 3.1.2, les deux autres thèmes ne concernant pas directement l'essai normalisé sont traités dans la section 3.2.

#### 3.1.1 SYNTHÈSE DE L'ÉVALUATION DU $L_{\text{barre}}$ PAR ANALYSE D'IMAGE

Le développement d'une méthode automatisée et autonome d'évaluation de la surface de pâte et du facteur d'espacement ( $L_{\text{barre}}$ ) dans un béton durci à l'aide de l'analyse d'image est présenté en détail dans la section 2.1.

La préparation des corps d'épreuve et l'acquisition des images occupent une place primordiale dans cette étude car la qualité des images acquises doit être d'un niveau suffisant, connu et répétable pour obtenir les résultats exploitables. La qualité des images acquises à fort grossissement est fonction de l'horizontalité et de la planéité de la surface d'acquisition. Pour améliorer le résultat de ces étapes, des outils spécifiques ont été développés : un gabarit de découpe des éprouvettes, un bras automatique pour le polissage, un gabarit de positionnement des plaques pour l'acquisition. L'ensemble de ces travaux de préparation du corps d'épreuve est reporté dans l'Annexe 3.

##### 3.1.1.1 Détermination de la surface de pâte

La norme NF EN 480-11 propose de réaliser le calcul du  $L_{\text{barre}}$  depuis la détection du réseau de bulles d'air par analyse d'image et avec l'introduction d'une surface de pâte théorique calculée à



l'aide de la formule de fabrication du béton. L'introduction de cette surface de pâte théorique est à déconseiller pour deux raisons. D'une part, cette valeur de surface de pâte est surestimée par rapport à la pâte présente sur la surface d'essai. D'autre part, cette valeur théorique moyenne ne prend pas en compte les hétérogénéités liées à la méthode de prélèvement : dimension et géométrie des éprouvettes, mise en place du béton, etc. Pour introduire dans le calcul du  $L_{\text{barre}}$  une surface de pâte correspondant à la surface testée, cette étude propose une évaluation de la surface de pâte avec une méthode automatisée par analyse d'image.

A partir d'une acquisition au grossissement  $\times 20$ , l'évaluation de la surface de pâte a été réalisée à l'aide d'un algorithme en deux étapes. La première étape, basée sur la détection de forme, supprime une grande partie des granulats et des vides d'air tout en conservant la totalité de la pâte. Dans la deuxième étape, l'identification des bornes de l'intervalle d'intensité représentative de la pâte permet de supprimer un maximum d'objets tout en conservant la continuité de l'objet représentant la surface de pâte.

La comparaison des mesures par comptage manuel selon la norme ASTM C457 et par analyse d'image permet d'estimer un écart moyen de 16% entre les deux méthodes et un écart estimé avec un intervalle de confiance de 95% égal à 32% entre les deux méthodes.

### *3.1.1.2 Caractérisation du réseau de bulles d'air et calcul du facteur d'espacement*

A partir d'une acquisition à grossissement  $\times 100$ , la détection du réseau de bulles d'air par analyse d'image est réalisée selon un algorithme qui intègre les contraintes de calcul de la norme NF EN 480-11 (interception de cordes sur un linéaire déterminé). La détection des bulles d'air se fait par seuillage d'intensité avec l'emploi d'une poudre d'alumine (blanche) pour combler les vides d'air, le contraste étant augmenté avec l'application préalable d'une encre à alcool noire sur la surface testée. Le choix de l'intensité de seuillage réalisé par l'opérateur se révèle parfois difficile à établir. Les défauts induits par une différence du niveau de seuillage sont toutefois plus faibles sur une plaque encrée.

Les écarts caractéristiques (intervalle de confiance de 95%) de mesures entre l'analyse d'image et le comptage manuel sont estimés à 34% pour le nombre de bulles interceptées et à 44% pour la quantité d'air.

Le  $L_{\text{barre}}$  déterminé par analyse d'image et par comptage manuel est caractérisé par un écart moyen de 16% et un écart caractéristique (intervalle de confiance de 95%) de 35%. Cet écart est du même ordre de grandeur que l'incertitude obtenue avec la méthode par comptage manuel. Ces résultats traduisent donc l'équivalence entre les deux méthodes d'essais et la procédure présentée dans cette étude peut être utilisée pour valider la composition d'un béton dans le cadre d'un chantier de fabrication.

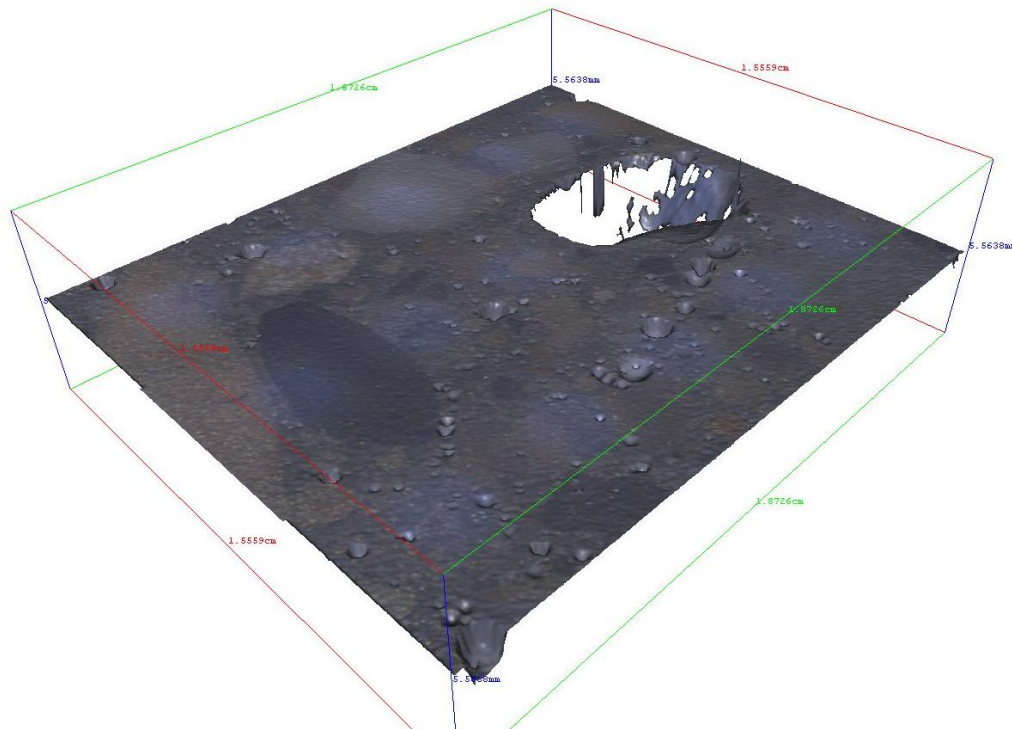
Il faut toutefois noter que la procédure est dépendante des matériels et des logiciels utilisés.

### *3.1.1.3 Perspective de travaux pour l'évaluation du réseau de bulles d'air par analyse d'image*

Une voie de travaux futurs est introduite avec l'analyse d'image 3D, en particulier pour la détection de réseau de bulles d'air. Le service Structures et Ouvrages d'Art de l'IFSTTAR basé à Nantes dispose d'un matériel de ce type. Afin d'évaluer le potentiel de ce matériel face aux problématiques et enjeux de l'évaluation du facteur d'espacement dans un béton durci, M. Gracet a réalisé ce type d'acquisition de la surface d'un corps d'épreuve préparé de manière identique aux corps d'épreuve de cette campagne.

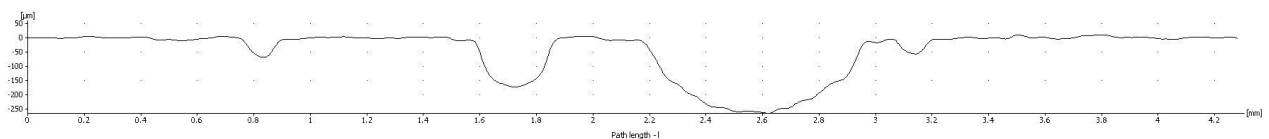
Les résultats sont exploitables sous plusieurs formes. On retiendra en particulier les deux formats suivants :

- L'acquisition d'une surface de dimension réduite en 3D (Figure 3.1) qui présente des dimensions d'environ 1,5x1,5 (en cm). Elle représente l'image usuelle en 2D complétée par le relief présent sur la surface acquise.



**Figure 3.1** Acquisition 3D d'une surface de béton contenant des bulles d'air et un défaut de compactage

- Le relevé de côtes sur des profils linéaires qui permettent d'identifier un niveau de surface moyen et les creux correspondant aux bulles d'air tel que représenté sur la Figure 3.2. Ce type de profil peut permettre non seulement d'évaluer le diamètre réel des bulles d'air interceptées mais également de différencier un vide créé par une bulle d'air et un arrachement lors du polissage.



**Figure 3.2** Acquisition d'un profil 2D sur un linéaire d'une surface de béton polie

### 3.1.2 ANALYSE STATISTIQUE DU RESULTAT D'ESSAI NORMALISE D'ECAILLAGE

Cette section concerne les essais sur bétons réalisés sur la base de l'essai normalisé XP P 18-420 (voir section 2.3). Les formules de béton B1, B2 et B3 ont été soumises à un essai de répétabilité avec respectivement 24, 16 et 16 corps d'épreuve.

#### 3.1.2.1 Mise en évidence de la distribution selon une loi log-normale des résultats

Une analyse statistique du résultat d'essai de la formule a permis d'établir que les résultats sont distribués selon une répartition log-normale. La mise en évidence et la méthode de calcul de la répartition log-normale sont détaillées dans l'Annexe 12 pour les résultats de la formule de béton B1 (série d'essais spécifiques exposés à 3% de NaCl et 56 cycles).

Les propriétés d'une loi de répartition log-normale sont parfaitement adaptées à la représentation de la distribution des résultats individuels d'écaillage, du fait de :

- la représentation de valeurs uniquement positives,
- la possibilité de représenter de fortes amplitudes des valeurs obtenus sur les échantillons par des lois de répartitions caractérisées par un mode qui présente une faible fréquence,
- la combinaison des 2 propriétés précédentes qui engendre une dissymétrie. Cette dissymétrie se traduit par une valeur moyenne plus élevée que la valeur médiane.

La représentation du résultat d'essai d'écaillage selon une loi log-normale est validée, entre autre, par un coefficient de régression linéaire lors de la vérification par la méthode de la droite de Henry de l'adéquation à une loi normale du logarithme népérien des valeurs étudiées. Ce coefficient est dans le cas de la formule de béton B1 toujours supérieur à 93% et il est égal à 95% à 56 cycles.

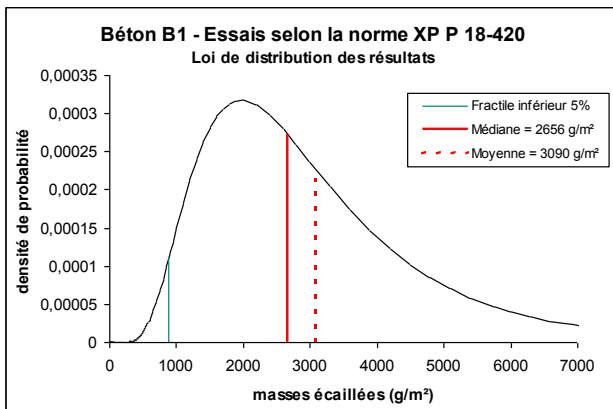


Figure 3.3 Béton B1 - Répartition log-normale des résultats individuels d'écaillage

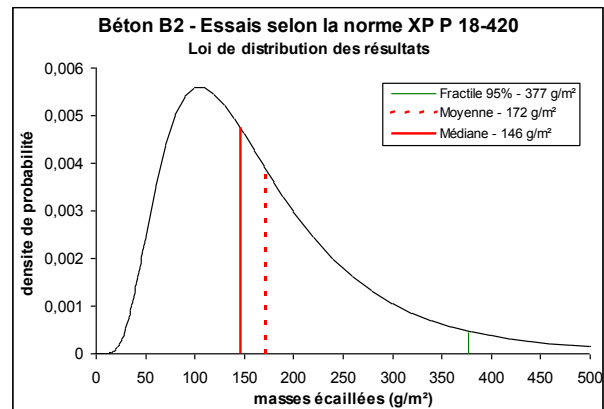


Figure 3.4 Béton B2 - Répartition log-normale des résultats individuels d'écaillage

La loi de distribution permet de calculer les fractiles de répartition des résultats. Dans le cas de la formule de béton B1, le fractile inférieur présentant un intervalle de confiance à 5% est égal à 888 g/m<sup>2</sup>. Ceci signifie que cette formule de béton présente statistiquement moins de 5% de résultats inférieurs aux seuils de 600 ou 750 g/m<sup>2</sup> (voir section 1.5.2) qui permettent de caractériser la résistance à l'écaillage d'un béton.

De même le fractile à 50% (ou médiane) est égal à 2656 g/m<sup>2</sup> lorsqu'il est calculé à partir de cette représentation de distribution statistique des résultats.

Les résultats présentés à la section 2.3.7 sont une médiane de 3006 g/m<sup>2</sup> et une moyenne de 3090±3145 g/m<sup>2</sup> calculées directement depuis les résultats bruts. L'incertitude portée sur la moyenne est calculée à l'aide des coefficients de Student permettant de calculer les fractiles avec le choix d'un intervalle de confiance (de 95% dans ce cas), sur une faible population. Ce calcul repose sur l'hypothèse d'une répartition normale des résultats. La valeur correspondante au fractile de 5% est dans ce cas de -55 g/m<sup>2</sup>. Non seulement cette valeur n'a pas de sens physique car elle est négative, mais elle est très inférieure à la valeur 888 g/m<sup>2</sup> issue de la loi log-normale. L'application des outils usuels pour l'analyse des résultats d'essais et en particulier les calculs d'incertitudes (loi de Student ou norme NF ISO 5725 pour estimer la répétabilité et la reproductibilité) reposent sur l'hypothèse d'une loi de distribution normale des résultats. Nous montrons ici qu'ils ne sont pas utilisables dans le cas des essais d'écaillage réalisés selon la norme XP P 18-420.

Les résultats individuels d'écaillage des formules de béton B2 et B3 sont également répartis selon une loi de distribution log-normale. Ce résultat est valide pour l'ensemble des concentrations de NaCl testées dans la solution de surface pour la formule de béton B3. Les résultats détaillés sont présentés en Annexe 12.

De même, le calcul du fractile à 95% est de 377 g/m<sup>2</sup> pour la formule B2 et de 208 g/m<sup>2</sup> pour la formule de béton B3. Cela signifie que moins de 5% des résultats d'écaillage issus de ces deux formules de béton seront supérieurs aux seuils de 600 et 750 g/m<sup>2</sup>. Ces deux formules sont donc résistantes à l'essai performantiel d'écaillage au sens de [Recommandations gel, 2003].

### 3.1.2.2 Détermination d'une loi de répartition générale et étude de la dispersion

Les 3 formules de bétons comprennent 7 séries d'au moins 16 corps d'épreuve exposés à une solution contenant une concentration de NaCl supérieure 0% : 1 série pour B1 et 1 série pour B2 exposées à 3% de NaCl, 6 séries pour B3 à 1-2-3-4-5 et 7% de NaCl. Ces essais fournissent un ensemble de 64 courbes de distribution log-normales (dont la variable aléatoire est notée  $x$ ) ou de distribution normales (dont la variable aléatoire est notée  $y$ ) du logarithme népérien des valeurs étudiées  $y = \ln(x)$ .

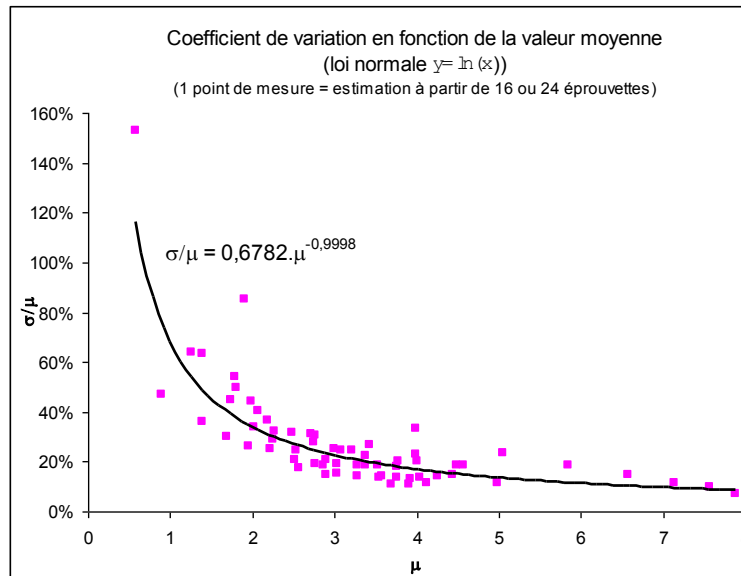
Dans notre cas, on note :

- $\mu$  la moyenne et  $\sigma$  l'écart type pour la variable aléatoire  $y = \ln(x)$ ,
- $\mu_x$  la moyenne et  $\sigma_x$  l'écart type pour la variable aléatoire  $x$ .

Le report dans la Figure 3.5 du coefficient de variation  $\sigma/\mu$  en fonction de la moyenne  $\mu$  pour les 64 lois obtenues permet d'obtenir une courbe de tendance issue du report de l'ensemble des couples  $(\sigma/\mu ; \mu)$ . L'interpolation donne  $\frac{\sigma}{\mu} = 0,6782 \cdot \mu^{-0,9998}$ , ce qui signifie que l'écart type de la courbe normale est quasiment constant et vaut  $\sigma = 0,6782$ .

L'écart type  $\sigma$  étant constant, cela se traduit par un coefficient de variation  $\sigma_x/\mu_x$  constant. En effet, on établit que :

$$\frac{\sigma_x}{\mu_x} = \sqrt{e^{\sigma^2} - 1} = 77\% \text{ lorsque } \sigma = 0,6782.$$



**Figure 3.5 Dispersion des courbes normales de répartition du logarithme népérien des masses d'écaillés de tous les bétons étudiés (B1, B2 et B3)**

Pour l'ensemble des essais de répétabilité réalisés, la distribution des moyennes des résultats individuels est en adéquation avec une loi log-normale dont la dispersion est caractérisée par un coefficient de variation constant de 77%.

Pour obtenir une représentation plus précise de ce que signifie un coefficient de variation de 77% pour une loi log-normale, la Figure 3.6 présente les différents fractiles de la loi log-normale en utilisant la valeur de 600 g/m<sup>2</sup> comme base de comparaison.

Fractiles d'une loi log-normale d'un coefficient de variation de 77%									
Fractile inférieur	5%	64	82	124	196	247	310	469	600
	10%	82	105	156	254	316	397	600	767
	25%	124	159	240	379	478	600	909	1160
$\mu_x$		155	199	301	476	600	753	1134	1456
Médiane		196	252	379	600	756	949	1431	1835
Fractile supérieur	75%	309	397	600	949	1198	1505	2258	2890
	90%	461	600	916	1453	1851	2295	3431	4324
	95%	600	772	1176	1873	2385	2956	4450	8027

**Figure 3.6 Dispersion d'une loi log-normale d'un coefficient de variation de 77%**

En génie civil, les valeurs caractéristiques sont généralement des valeurs qualifiées avec un fractile de 5% par rapport à une valeur seuil. Dans notre cas, si l'on qualifie la résistance à l'écaillage d'un béton présentant une valeur médiane de 600 g/m<sup>2</sup>, cela signifie que le fractile inférieur est de l'ordre de 200 g/m<sup>2</sup> et le fractile supérieur est de l'ordre de 1850 g/m<sup>2</sup>.

Le tableau de la Figure 3.6 permet de confirmer que cet essai est discriminant face à une valeur seuil. En effet, pour une médiane inférieure à 195 g/m<sup>2</sup>, on peut qualifier le béton de « résistant à l'écaillage » face au seuil des 600 g/m<sup>2</sup> pour 95% des résultats individuels d'essais. A l'inverse, un béton qui présente une médiane supérieure à 1850 g/m<sup>2</sup> n'est pas résistant à l'écaillage au regard du seuil de 600 g/m<sup>2</sup> pour 95% de ses résultats.

Il faut toutefois noter que cette qualification repose sur 16 ou 24 résultats. Mais en pratique, l'essai est réalisé avec 4 corps d'épreuve et les 4 résultats individuels constituent des valeurs représentatives : une valeur médiane ou une valeur moyenne mais surtout les valeurs caractéristiques. Les densités de probabilité étant très faibles (courbe de distribution étalée, correspondant à une dispersion des résultats individuels), 4 corps d'épreuve est une trop faible population pour avoir la certitude que cet échantillon soit représentatif. La formule B1 démontre un défaut de représentativité avec des médianes de 4 résultats d'essais individuels comprises entre 1207 et 4303 g/m<sup>2</sup> (cf. Figure 2.39).

Lors de la construction d'un ouvrage en béton exposé au gel en présence de sels, il est nécessaire de valider la résistance à l'écaillage à plusieurs reprises lors de l'étude en laboratoire (formule de base et dérivées), mais également en phase de convenue et de contrôle. Pour avoir l'assurance de valider la formule de béton à chaque étape [Recommandations gel, 2003], la faible représentativité de 4 corps d'épreuve impose de retenir une formule dont la valeur médiane de 4 résultats individuels d'écaillage est inférieure au seuil de 600 g/m<sup>2</sup>. Pour que la médiane de 4 résultats soit inférieure à 600 g/m<sup>2</sup>, il est suffisant que 3 résultats individuels sur les 4 soient inférieurs à 600 g/m<sup>2</sup>. D'après le tableau de la Figure 3.6, un fractile à 75% présentant des résultats individuels inférieurs à 600 g/m<sup>2</sup> correspond à une médiane de 379 g/m<sup>2</sup> et à une moyenne de 301 g/m<sup>2</sup> pour être assuré de reproduire un résultat inférieur à ce seuil au cours des différentes phases d'étude, de convenue et de contrôle.

Pour affirmer qu'une formule de béton n'est pas résistante à l'écaillage, il est suffisant que 3 résultats individuels sur 4 soient supérieurs à 600 g/m<sup>2</sup>, soit une médiane de 949 g/m<sup>2</sup> ou une moyenne de 753 g/m<sup>2</sup>.

Lorsqu'un résultat d'essai normalisé d'écaillage déterminé à partir de 4 résultats individuels donne une médiane comprise entre 379 et 949 g/m<sup>2</sup>, il n'est pas possible de statuer sur la validité d'une formule de béton.

### 3.1.3 NOUVELLE INTERPRETATION DU RESULTAT D'ESSAI D'ÉCAILLAGE

La dispersion du résultat d'essai à 56 cycles rend délicate la qualification d'un béton avec la médiane de 4 résultats individuels lorsqu'elle est comprise entre 379 et 949 g/m<sup>2</sup>.

Il apparaît donc nécessaire d'approfondir la méthode d'interprétation du résultat d'essai ou d'établir d'autres méthodes et d'évaluer leur pertinence sur un plan statistique. L'objectif visé sur un plan statistique est d'obtenir une loi de distribution du résultat d'essai qui présente un mode avec un pic de densité de probabilité suffisant permettant d'assurer la représentativité de 4 résultats individuels.

Une nouvelle approche a été établie, la démarche suivie est détaillée en Annexe 13. Il s'agit d'évaluer le nombre de cycles nécessaires pour qu'un corps d'épreuve atteigne une valeur de masse d'écaillés fixée. L'analyse statistique du nombre de cycles correspondant à une valeur d'écaillage permet de montrer que ce nombre suit une loi normale. Les résultats de cette analyse sont portés dans le tableau de la Figure 3.7, le détail des calculs est présenté en Annexe 13.

On peut apporter les précisions suivantes sur les résultats de cette méthode d'analyse :

- pour une valeur trop faible d'écaillage, il n'est pas possible de réaliser le dépouillement statistique. Pour la formule B3, l'analyse avec une valeur d'écaillage de 13 g/m<sup>2</sup> ne permet pas de déterminer la droite de Henry ( $R^2=75\%$  trop faible). Une valeur de 50g/m<sup>2</sup> permet d'obtenir un résultat représentatif pour cette formule de béton.
- en retenant la plus faible des valeurs individuelles d'écaillage à 56 cycles, si elle est supérieure à 50 g/m<sup>2</sup>, le nombre moyen de cycles de gel-dégel nécessaires pour atteindre cette valeur est d'environ 37, le coefficient de variation est de l'ordre de 30%.
- pour la formule B1, l'adéquation à une distribution normale des résultats (le résultat étant le nombre de cycles) apparaît même pour des valeurs d'écaillages inférieures au plus faible des résultats obtenus à 56 cycles. Le coefficient de variation diminue si l'on augmente la valeur d'écaillage pour l'analyse. Ce constat permet d'envisager l'obtention d'un coefficient de variation plus faible avec un nombre de cycles plus important.
- la valeur de la densité correspondant au mode de la loi normale estimée est du même ordre de grandeur pour les 3 formules et donc pour les différentes échelles de résultat d'écaillage obtenues.

	Valeur d'écaillage retenue (g/m <sup>2</sup> )	Cycle auquel est atteinte la valeur d'écaillage retenue				
		R <sup>2</sup> (Henry)	Moyenne	Écart type	Variation	Pic de densité
Béton B3 (16 résultats)	13	75%	-	-	-	-
	50 <sup>10</sup>	90%	37,6	11,2	30%	0,036
Béton B2 (16 résultats)	54	95%	36,0	11,6	32%	0,034
	927	99%	37,6	11,2	30%	0,036
Béton B1 (24 résultats)	600	99%	31,6	10,7	34%	0,038
	200	98%	23,2	8,3	36%	0,048

Figure 3.7 Analyse statistique du résultat (nombre de cycles) à une valeur d'écaillage donnée

<sup>10</sup> Les quatre valeurs d'écaillage les plus faibles ont été retirées. Analyse réalisée sur 12 échantillons.

Le coefficient de variation de l'ordre de 30% montre une certaine dispersion de l'essai bien qu'elle ait diminué avec cette méthode d'analyse. Cette dispersion semble liée à un seul paramètre ou mécanisme puisqu'il suit une répartition centrée autour d'un nombre identifiable de cycles de gel-dégel (cf. Figure 3.8 et Figure 3.9).

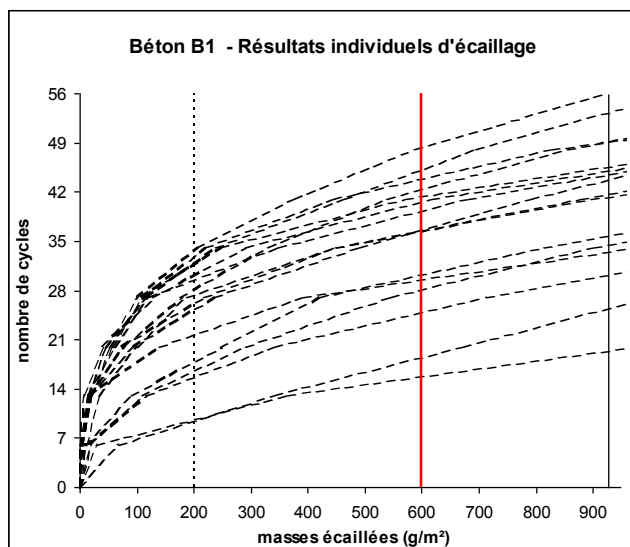


Figure 3.8 Béton B1 – Nombre de cycles en fonction des masses écaillées

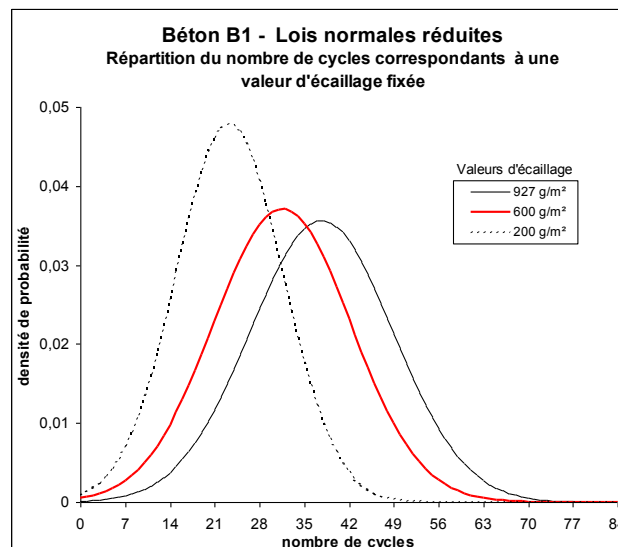


Figure 3.9 Loi de distribution du nombre de cycles à une valeur d'écaillage fixée

S'il s'agit d'un paramètre, ce dernier peut-être lié à :

- l'hétérogénéité des propriétés intrinsèques des corps d'épreuve avant l'exposition en enceinte climatique comme la résistance mécanique de la pâte cimentaire, la porosité, la perméabilité, les coefficients de transport, etc.,
- un paramètre mal maîtrisé du cycle de gel-dégel dont l'encadrement de mesure pourrait engendrer une évolution différente des mécanismes. Par exemple, la limite inférieure du cycle à  $(-20 \pm 2)^\circ\text{C}$  autorise le franchissement du palier eutectique de  $-21,6^\circ\text{C}$ .

S'il s'agit d'un mécanisme, il peut être direct comme la sursaturation du milieu poreux liée à la présence de NaCl au cours des cycles ou indirect et lié à l'évolution plus ou moins rapide d'une propriété intrinsèque des corps d'épreuve.



### 3.1.4 SYNTHÈSE DE L'ANALYSE STATISTIQUE DE L'ESSAI NORMALISÉ D'ÉCAILLAGE

Cette synthèse ne traite pas de l'impact des propriétés des matériaux constituant la formule comme la sensibilité au gel des granulats, ni de l'influence des propriétés de la pâte cimentaire, et en particulier des caractéristiques du réseau poreux et du réseau de bulles d'air. Ces points sont détaillés dans la section 3.2.4.

Le résultat individuel d'essai d'écaillage réalisé selon la norme XP P 18-420 est plutôt dispersé et distribué selon une loi log-normale pour les trois formules testées. Les conséquences directes de ce constat sont :

- une dissymétrie des résultats avec une valeur moyenne des résultats individuels qui est supérieure à la valeur médiane,
- la valeur maximale de la fonction de densité décroît avec l'augmentation de la valeur moyenne. Cet aplatissement de la courbe de répartition se traduit par un coefficient de variation qui ne diminue pas avec l'augmentation de la valeur moyenne ou médiane des résultats individuels et par un défaut de représentativité du résultat d'essai composé de 4 éprouvettes,
- d'un point de vue phénoménologique, soit l'écaillage est une convolution de différents mécanismes et au moins trois modes de détérioration différents sont identifiés (cf. Figure 3.30 et Figure 3.31), soit les conditions locales (combinaison de propriété du matériau et exposition) sont aléatoires et se traduisent par une période d'évolution des propriétés du matériau avant l'initialisation de la perte de masse (cf. section 3.2.4.2.1),

Cet essai est discriminant pour qualifier la résistance à l'écaillage d'un béton. Il permet d'identifier la formule des bétons résistants à l'essai d'écaillage face au seuil de 600 g/m<sup>2</sup> (ou 750 g/m<sup>2</sup> suivant les phases de qualification du béton). Une formule de béton résistante à l'écaillage et présentant comme résultat d'essai une médiane inférieure à 379 g/m<sup>2</sup> est une condition suffisante pour pallier au défaut de représentativité de l'échantillon statistique constitué de 4 corps d'épreuve. De même une formule présentant comme résultat d'essai une médiane supérieure à 949 g/m<sup>2</sup> est à classer dans les formules non résistantes au regard de ce seuil de 600 g/m<sup>2</sup>. Par contre, il n'est pas possible de classer de manière aussi catégorique une formule qui présente un résultat compris entre 379 et 949 g/m<sup>2</sup>. Ce constat pose un problème de qualification de formule optimisée face au résultat d'écaillage qui se situe dans cette gamme de résultat. De plus, on peut obtenir des conclusions en apparence contradictoires lorsque les résultats d'essais sont interprétés de manière stricte face à un seuil de 600 ou 750 g/m<sup>2</sup>. Ce cas peut se rencontrer pour des essais réalisés entre différents laboratoires ou au sein d'un même laboratoire d'essai avec des formules qui se situent dans cette gamme de résultats.

Les résultats ne sont pas distribués selon une loi normale et les outils statistiques communs reposant sur l'hypothèse d'une loi normale de répartition des résultats ne sont pas utilisables. Le calcul des incertitudes avec ces outils comme, par exemple, la détermination des coefficients de Student pour la détermination des fractiles, conduit à augmenter mathématiquement une dispersion déjà élevée. On notera en particulier que, lors de la réalisation d'essais croisés, la qualification de la répétabilité et de la reproductibilité des résultats avec les normes telles que la norme NF ISO 5725 reposent sur une répartition normale du résultat brut de mesure.

Enfin, une nouvelle approche est établie en retenant comme résultat de mesure le nombre de cycles nécessaires pour atteindre une valeur de perte de masse. Ce résultat (nombre de cycles) est moins dispersé avec un coefficient de variation de l'ordre de 30% et il est distribué selon une loi de distribution normale. Cela se traduit par le fait que la densité de probabilité du résultat présente une valeur maximale qui ne diminue pas lorsque la perte de masse, prise en compte pour établir le nombre de cycle en tant que résultat de mesure, augmente.

## 3.2 APPROCHE GLOBALE DE LA RESISTANCE AU GEL EN PRESENCE DE SELS D'UN MATERIAU CIMENTAIRE PAR ESSAIS PERFORMANTIELS

### 3.2.1 CONDITIONS D'EXPOSITION

#### 3.2.1.1 Exposition de surface et immersion partielle

##### 3.2.1.1.1 Exposition de surface

Les essais basés sur l'exposition de surface cherchent généralement à représenter l'exposition *in situ* avec :

- la présence d'une solution contenant du NaCl sur la face coffrée,
- la transmission du froid au travers de cette surface, les autres faces étant thermiquement isolées.

Cependant, les pertes de masse des cubes soumis à une exposition de ce type présentent des dispersions importantes et des lois de distribution systématiquement log-normales des quantités de masse écaillée quel que soit le matériau (cf. section 2.3.7, le type de distribution sera détaillée dans la section 3.2.3).

Trois hypothèses peuvent schématiquement expliquer cette distribution log-normale des résultats :

- la multiplicité des mécanismes de dégradation,
- l'hétérogénéité du corps d'épreuve au démarrage de l'essai,
- l'évolution des propriétés du matériau en cours d'essai.

Le premier point est identifié en section 3.2.4.2.1 pour les bétons, et dans la suite de cette section pour les mortiers et les coulis (par exemple la Figure 3.11 et la Figure 3.13). Bien que plusieurs modes de détérioration soient identifiés, il n'est pas possible avec l'analyse du résultat d'essai d'écaillage suivant la norme XP P 18-420, de dissocier leur influence au niveau du résultat d'écaillage et d'en identifier les conditions de survenue. Cette multiplicité des mécanismes de dégradation est très certainement une conséquence du second point, lui-même, dépendant des caractéristiques initiales du matériau et des conditions de préparation et d'exposition aux cycles de gel-dégel.

Les matériaux durcis, conservés dans une eau à 20°C avant essai de caractérisation, présentent globalement une très bonne homogénéité des propriétés macroscopiques du matériau (résistance à la compression, porosité accessible à l'eau, absorption capillaire, etc.).

Par contre, la conservation des bétons selon la norme XP P 18-420, qui impose une longue période de séchage suivie d'une période de 72 h de ré-humidification avant le démarrage de l'essai, n'est pas garante d'une homogénéité du niveau de saturation en liquide. Tout d'abord, le niveau de séchage n'est pas maîtrisé. Or, il affecte durablement la quantité d'eau gelable d'un béton ré-humidifié après séchage (cf. Figure 1.47). Ensuite, les mesures d'absorption capillaire réalisées sur les formules de béton B1 et B3 augmentent de plus de 20% entre 24 h et 48 h. Ces résultats indiquent que la teneur en eau après ré-humidification à l'eau déminéralisée n'est pas complètement stable à 72 h. Le corps d'épreuve présente, en fonction de son niveau de porosité connectée, un gradient de répartition hydrique depuis la surface, et potentiellement un déséquilibre plus local (tel qu'observé sur la surface de la Figure 3.12) avec un temps nécessaire plus important pour que l'eau pénètre les capillaires connectés les plus fins.

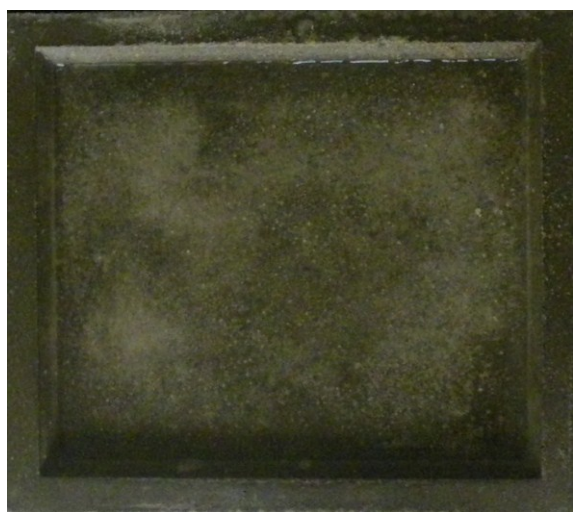
Au démarrage de l'exposition aux cycles de gel-dégel, la solution contenant 3% de NaCl en surface surmonte un milieu poreux en déséquilibre hydrique dont la solution d'apport initial est de l'eau déminéralisée. L'étude bibliographique indique que le déséquilibre de concentration en NaCl proche de la surface ne modifie pas la détérioration (cf. Figure 1.40 et section 1.3.2.3).

Ce déséquilibre hydrique initial est une explication possible à la période d'initiation et à l'amorce localisée de la détérioration du matériau sur le béton (cf. Figure 3.29).

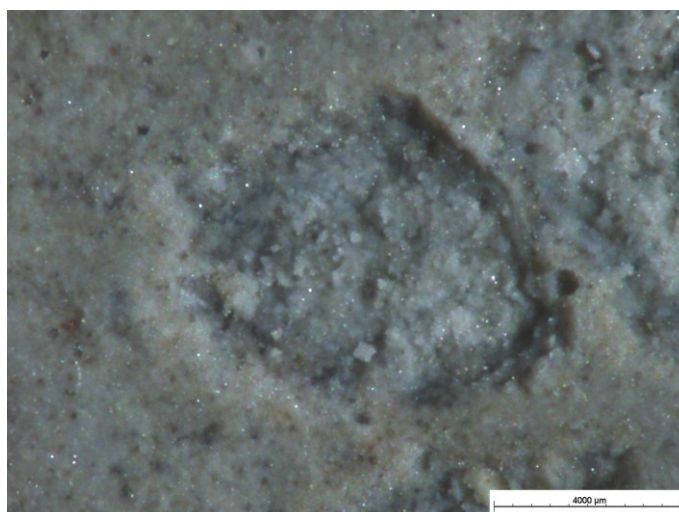
Une fois la détérioration du matériau localement initiée, il est parfois délicat de maintenir une épaisseur constante de solution à la surface du corps d'épreuve. Cette difficulté provient soit d'un défaut de collage latéral (ou de dégradation de la pâte cimentaire à l'interface), soit d'une forte augmentation de la perméabilité du matériau.

Ce phénomène évolutif au cours des cycles conduit aux observations suivantes pour les mortiers testés dans le cadre de cette campagne avec une exposition de surface :

- une dégradation de surface de faible dimension (0,5 mm en surface et 0,1 mm en profondeur), cette dégradation présente une répartition homogène sur la surface exposée (cf. Figure 3.10 et Figure 3.11),
- l'atteinte d'un palier de perte de masse (cf. Figure 2.68), qui n'est qu'une conséquence des conditions de préparation et d'exposition du corps d'épreuve lorsque l'on compare les résultats pour un matériau identique dans le graphe de la Figure 2.88 en exposition de surface et celui de la Figure 2.93 en immersion partielle,
- une perte de masse sur la face inférieure après percolation de la solution au travers du corps d'épreuve (cf. Figure 2.70).



**Figure 3.10** Corps d'épreuve de la série M.c.1.(12)-0,44-0-1-1, à 28 cycles



**Figure 3.11** Dégradation localisée (diamètre d'un ordre de grandeur de 0,5 mm) à la surface d'un corps d'épreuve 16x14x3,5 (en cm) en mortier

Pour les coulis moins perméables, l'épaisseur de solution est sensiblement constante durant les 7 cycles consécutifs au cours de l'essai. Malgré cela, des zones sont clairement et rapidement identifiables à la surface du corps d'épreuve (cf. Figure 3.12). L'aspect clair ou foncé de ces zones est très certainement lié à la teneur en eau. Pourtant, ces corps d'épreuve ont été maintenus en eau durant la totalité des 28 jours de conservation avant démarrage de l'exposition aux cycles de gel-dégel. Une explication possible de cette observation est l'évolution locale de la porosité et de la perméabilité au cours des cycles.

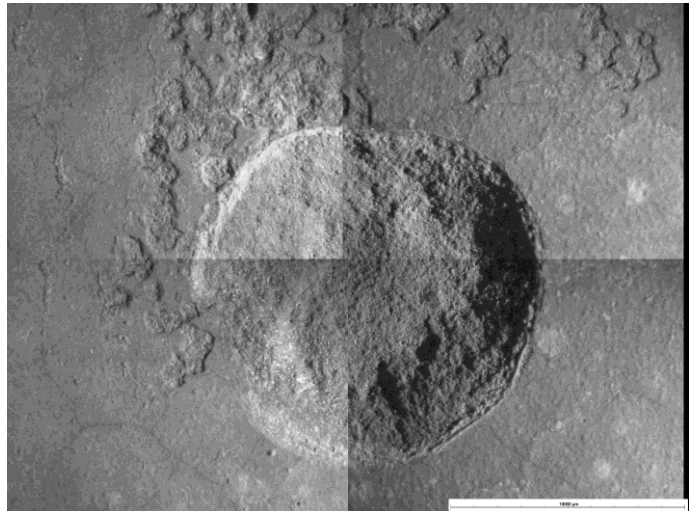
Seules les zones sombres présentent préférentiellement un écaillage localisé par éclats ponctuels de deux types :

- éclats de forme circulaire en surface et sphérique dans le matériau, d'un diamètre d'un ordre de grandeur du centimètre (cf. Figure 3.13, et Figure 3.35 à Figure 3.37),
- éclats au contour fermé (mais pas forcément circulaire), d'un ordre de grandeur de quelques millimètres, d'une profondeur inférieure à  $\frac{1}{2}$  mm, identifiables à proximité de l'éclat centimétrique sur la Figure 3.13.

Pour un matériau identique constitutif des corps d'épreuve, les éclats centimétriques observés lors d'une exposition de surface ne sont pas observés lorsque le corps d'épreuve est partiellement immergé sous forme de prisme (comparer la Figure 2.102 et la Figure 3.12).



**Figure 3.12** Corps d'épreuve de la série C.c.1.(12)-0,44-1-0-0 après 28 cycles d'exposition



**Figure 3.13** Éclat de forme circulaire (diamètre d'un ordre de grandeur de 1 cm) en surface et sphérique dans le matériau et éclats de forme quelconque (dimension  $\frac{1}{2}$  mm)

#### 3.2.1.1.2 Immersion partielle

L'immersion partielle des prismes dans une solution contenant ou non un agent agressif présente les caractéristiques principales suivantes lorsqu'ils sont soumis à des cycles de gel-dégel :

- une saturation permanente (à l'exception de la face supérieure du corps d'épreuve) par la solution extérieure,
- des échanges de chaleur au travers de la solution d'immersion.

Les mortiers partiellement immergés présentent une forte perte de masse distribuée selon des lois de distribution normales. Cette dégradation est répartie de manière homogène sur la totalité de la surface du corps d'épreuve (cf. Figure 2.98) et se traduit par une courbe de perte de masse sensiblement linéaire au cours des cycles (cf. Figure 2.93). Ces mortiers partiellement immergés (cf. Figure 2.93) présentent une perte de masse relative moyenne de 10,5% à 56 cycles de gel-dégel (correspondant à une perte de masse par unité de surface de  $1835 \text{ g/m}^2$ ). Cette dégradation est plus importante que celle d'un cube constitué d'un matériau identique mais soumis à une exposition de surface (cf. Figure 2.88). Ce dernier présente une perte de masse moyenne par unité de surface de  $217 \text{ g/m}^2$ .

Les coulis contenant des micro-billes plastiques, plus résistants, subissent une détérioration localisée par éclats ponctuels du même type que pour l'exposition de surface des cubes mais de plus faible dimension. La perte de masse est faible ou moyenne.

La répartition des éclats n'est pas homogène sur les différentes faces d'un prisme. On note une forte différence entre la face fond de boîtier, les faces latérales et la face supérieure. Il ne s'agit pas d'un biais de fabrication car une série d'éprouvettes ayant subi une rotation de 90° dans le boîtier présente les mêmes hétérogénéités entre les faces en fonction de leur position (cf. photos de la Figure 3.14).

Cette observation relève uniquement de paramètres externes au corps d'épreuve et donc des conditions d'exposition. Les différentes faces d'un prisme 4x4x16 (en cm) positionné dans un boîtier de cette campagne expérimentale sont exposées à une épaisseur de solution de (cf. Figure 2.74) :

- 6,8 mm pour la face fond de boîtier,
- 15,7 mm pour les faces latérales,
- nulle pour la surface supérieure.

Les pertes de masse de la série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 indiquent l'importance de l'exposition de chaque face du prisme et donc de l'épaisseur de solution en contact avec la paroi exposée, sur le niveau de dégradation observé (cf. Figure 2.106, Figure 2.107 et Figure 2.108).

Ce constat démontre l'intérêt de fixer l'épaisseur de la lame de saumure au cours d'un essai d'écaillage.

Le mode de préparation/conservation réalisé dans cette campagne, en supprimant les phases de séchage et de ré-humidification des échantillons, a permis de débiter les essais avec des corps d'épreuve présentant des teneurs en eau similaires pour l'ensemble des conditions d'exposition.

Les corps d'épreuve cubiques soumis à une exposition de surface présentent la même phénoménologie de détérioration de surface que pour les prismes immergés dans le cas des mortiers, mais pas dans le cas des coulis. Après quelques cycles de gel-dégel, on observe une répartition hydrique hétérogène à la surface exposée. L'évolution de la micro-fissuration interne du matériau peut entraîner une percolation de tout ou partie de la solution en surface vers le cœur, voire jusqu'à la sous face de l'éprouvette dans le cas des mortiers (cf. Figure 2.70). On observe des zones dé-saturées en surface qui ne sont pas détériorées, ainsi que l'atteinte d'un palier de perte de masse lié à la percolation de la solution. Ce type d'exposition associé à une mesure de perte de masse en surface n'est pas représentatif de la détérioration subie par le même matériau en conditions saturées : la perte de masse atteint un palier car il n'y a plus d'écaillage.

Les corps d'épreuve prismatiques sont immergés dans la solution d'exposition. Ils sont soumis à des conditions de saturation permanentes au cours des cycles de gel-dégel. Ces conditions d'essai limitent les hétérogénéités de répartition hydrique, et influencent la détérioration interne (chute du module, gonflement) ou de surface avec la perte de masse. La présence d'éclats en surface s'observe préférentiellement lorsque la paroi du corps d'épreuve est en contact avec la solution exposée. On constate que l'épaisseur de cette solution est un paramètre influent sur l'intensité de la détérioration.

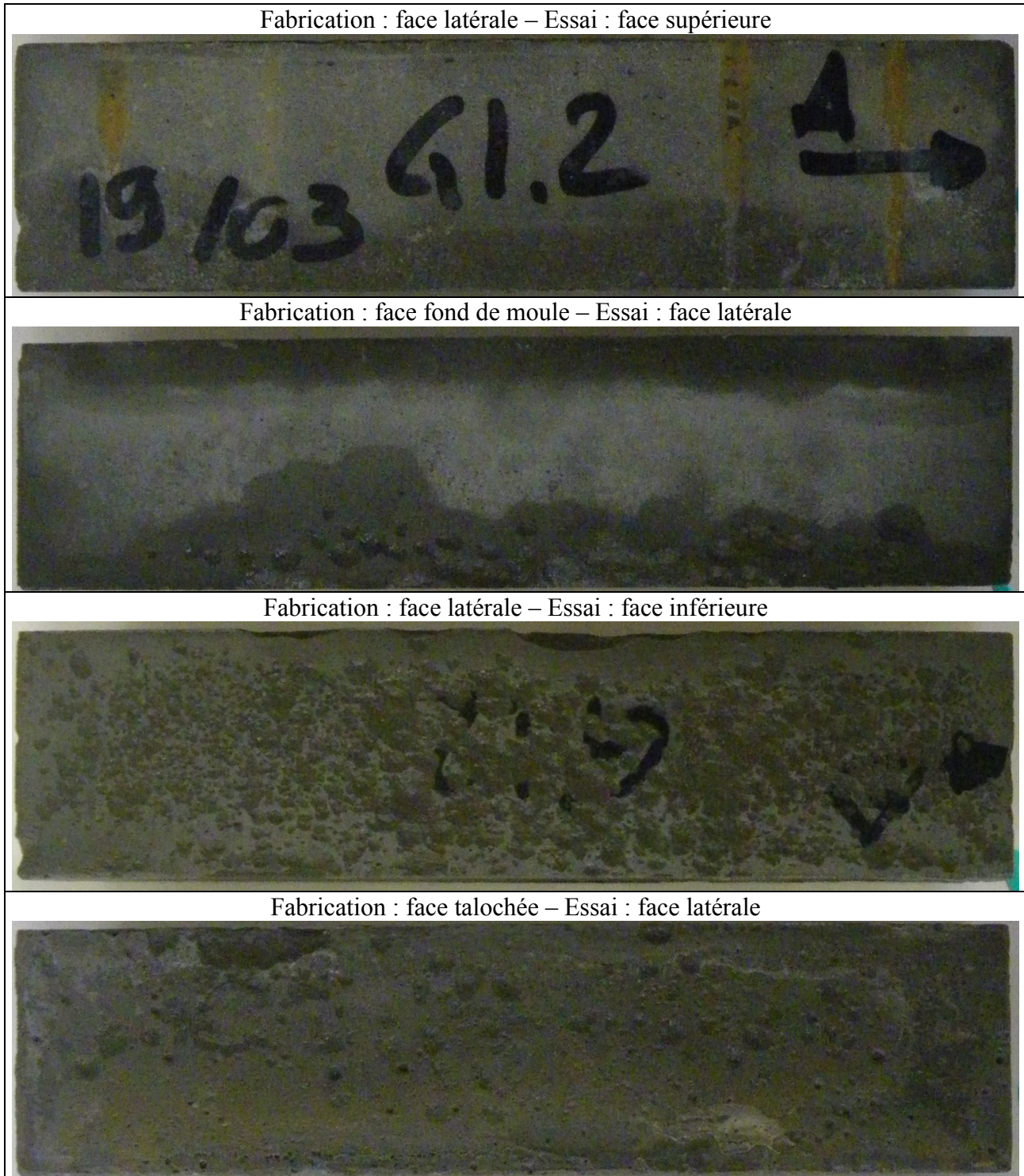


Figure 3.14 Résultats d'essais d'écaillage d'un prisme de coulis (rotation de 90° de la face fabriquée/face exposée) après 268 cycles (fabrication et exposition identique à la série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0)

### 3.2.1.2 Quantité de NaCl dans la solution extérieure

#### 3.2.1.2.1 Exposition de surface

Les résultats d'écaillage en fonction de la concentration de NaCl contenu dans la solution de surface sur les formules de béton B1 et B3 sont présentés et commentés dans la section 2.3.4. L'effet pessimum est confirmé sur les deux formules à faible et forte résistance à l'écaillage. Cet effet est également vérifié pour un nombre élevé de cycles de gel-dégel (302 cycles pour la formule B3, cf. section 2.3.4.3).

L'analyse statistique de l'essai normalisé français présentée en section 3.1.1 est reproduite sur les résultats d'essais de la formule B3. L'établissement des lois permet de calculer les valeurs caractéristiques des masses écaillées avec différents fractiles de répartition. Les valeurs obtenues lors de cette analyse statistique sont reportées dans la Figure 3.15.

Bien que les valeurs d'écaillage soient faibles, quel que soit la concentration de NaCl contenu dans la solution d'exposition, la distribution des résultats est conforme à une loi log-normale. On note toutefois un coefficient de régression linéaire relatif au calcul de la droite de Henry faible  $R^2 = 84\%$  pour une exposition à 0% de NaCl, mais les valeurs des masses écaillées sont alors très faibles.

La faible valeur obtenue lors d'une exposition à une solution contenant 4% de NaCl est à relativiser en fonction du nombre de cycles appliqués. En effet, les courbes de la Figure 2.51 présentent des pentes d'évolution fluctuantes.

Béton B3 - Lois de distribution des résultats à 56 cycles							
% de NaCl	0	1	2	3	4	5	7
mode	5	50	55	28	18	27	16
Pic de densité	0,177	0,015	0,009	0,013	0,024	0,017	0,046
R <sup>2</sup> (droite de Henry)	84%	96%	98%	91%	97%	92%	98%
Valeur caractéristique (fractile 95%)	12	133	230	208	99	124	44
Valeur caractéristique (fractile 75%)	8	85	128	95	49	67	28
médiane	6	62	83	55	29	42	21
moyenne	6	69	104	76	39	54	23
Valeur caractéristique (fractile 25%)	4	45	54	32	18	27	15
Valeur caractéristique (fractile 5%)	3	28	28	15	8	14	10

**Figure 3.15 Béton B3 –Résultats de l'analyse statistique de l'adéquation à des lois log-normale pour 16 résultats d'essais exposés à une solution contenant 0-1-2-3-4-5 et 7% de NaCl**

La Figure 3.16 permet de mettre en évidence, avec la prise en compte de la répétabilité du résultat d'essai, le principe d'un pessimum de détérioration pour des solutions contenant entre 1 et 5% de NaCl. Cependant, la dispersion du résultat d'essai ne permet pas d'identifier précisément pour quelle concentration de NaCl la dégradation maximale apparaît.

Lors d'une exposition à une solution d'eau déminéralisée, 95% des résultats sont inférieurs à 12 g/m<sup>2</sup>. Cette valeur est inférieure à la valeur minimale de 95% des résultats (fractile à 5%) pour une exposition à 1% de NaCl qui est égale à 28 g/m<sup>2</sup>. Ce point confirme l'augmentation des masses écaillées avec l'augmentation de 0 à 1% de la concentration de NaCl dans la solution d'exposition malgré la dispersion statistique et pour un faible nombre d'éprouvettes.

Lors d'une exposition à une solution contenant 7% de NaCl, 95% des résultats sont inférieurs à 44 g/m<sup>2</sup>. Cette valeur maximale de 44g/m<sup>2</sup> est supérieure à la valeur minimale (fractile à 5%) de l'ensemble des solutions d'exposition qui est égale à 28 g/m<sup>2</sup>. Ainsi, dans un fuseau contenant 90% des résultats (fractile 5% et 95%) il est possible d'obtenir une courbe avec un palier, voire une courbe en constante augmentation.



Par contre, si on limite la représentativité du fuseau à 50% des résultats (fractile 25% et 75%), les courbes passent obligatoirement par un maximum compris entre 1 et 4% de NaCl.

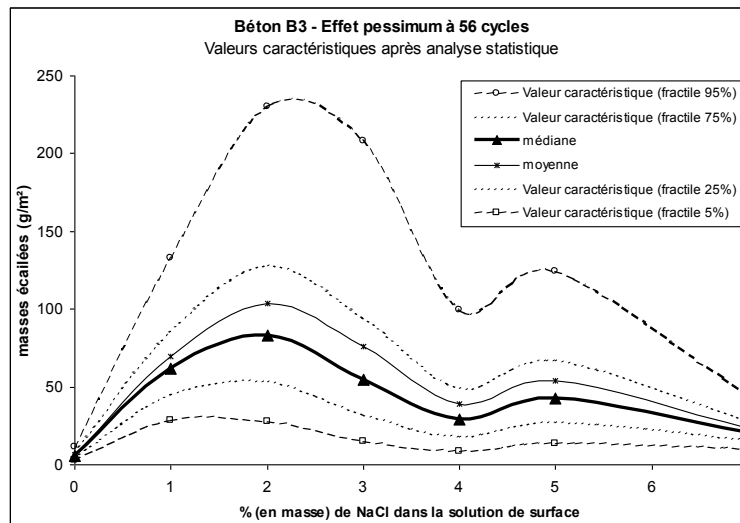


Figure 3.16 Béton B3 - Incertitude de la répartition des résultats lors de l'exposition à une solution de surface contenant 0-1-2-3-4-5 et 7% de NaCl

L'effet pessimum des coulis de forme cubique n'a pas été analysé en raison du défaut de représentativité du résultat d'essai. La difficulté de maintien d'une lame de solution de 5 mm à la surface du corps d'épreuve engendre un palier sur le cumul des masses écaillées (cf. section 3.2.1.1.1).

### 3.2.1.2.2 Immersion partielle dans la solution

Les mortiers et les coulis sous forme de prismes partiellement immergés présentent différents types de courbes de perte de masse en fonction de la concentration de NaCl contenue dans la solution d'exposition :

- les corps d'épreuve constitués de mortier ne présentent pas un effet pessimum mais une augmentation constante de la quantité de masse écaillée avec l'augmentation de la concentration de NaCl dans la solution d'exposition (cf. Figure 3.17),
- les corps d'épreuve constitués de coulis présentent des courbes de perte de masse qui sont en adéquation avec l'effet pessimum (cf. Figure 3.18).

Les mortiers sous forme de prismes partiellement immergés subissent une détérioration très élevée qui est croissante avec l'augmentation de la quantité de NaCl contenue dans la solution d'exposition (cf. Figure 3.17). L'étude statistique de la série M.p.4.(18)-0,44-0-1-1, composée de prismes de mortier partiellement immergés dans une solution contenant 3% de NaCl, indique que la répartition des masses écaillées suit une loi normale et présente une très faible dispersion (voir section 3.2.3). Bien que les séries M.p.4.(6x3)-0,50-0-0-1 et M.p.4.(6x3)-0,44-0-1-1 ne soient composées que de 3 éprouvettes par solution d'immersion, les 3 résultats d'écaillages présentent, sans exception, une très faible dispersion. Ce point est en cohérence avec le constat d'une phénoménologie de détérioration spécifique pour cette combinaison matériau / condition d'exposition.

Les prismes partiellement immergés constitués de mortier ne présentent donc pas d'effet pessimum.

Par contre, l'effet pessimum apparaît très clairement sur les coulis partiellement immergés et en particulier sur la courbe issue de la série C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 (cf. Figure 3.18).

La courbe établie avec les pertes de masse de la série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 présente une valeur faible pour une immersion partielle dans une solution contenant 4,5% de NaCl. Cependant le relevé des dégradations par face exposée présente un maximum de détérioration (face fond de boîtier et face latérale) pour une solution contenant de 1,5 à 3% de NaCl dans le premier cas et 7% dans le second (cf. Figure 2.108 à Figure 2.107). La somme des éclats des faces latérales et de la face fond de moule correspond au cumul des effets de la concentration de NaCl et de l'épaisseur de la lame de solution en contact avec chaque face du prisme (cf. 3.2.1.1.2).

L'effet pessimum, lorsqu'il est identifiable, est donc influencé par au moins deux paramètres : la concentration de NaCl contenu dans la solution de surface et l'épaisseur de la solution en contact avec la face exposée.

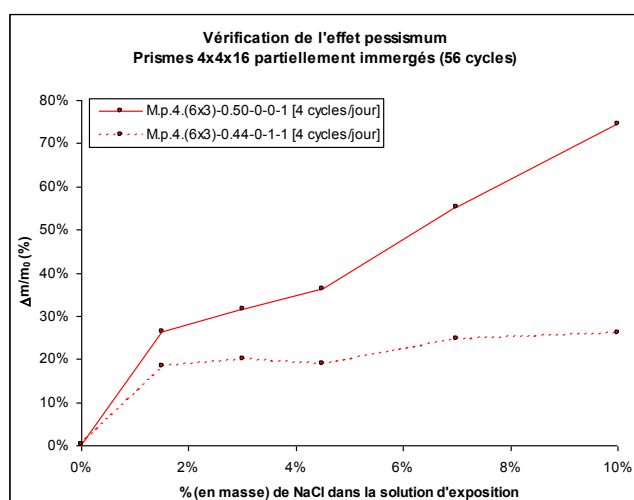


Figure 3.17 Absence d'effet pessimum pour les prismes 4x4x16 (en cm) constitués de mortier et partiellement immergés

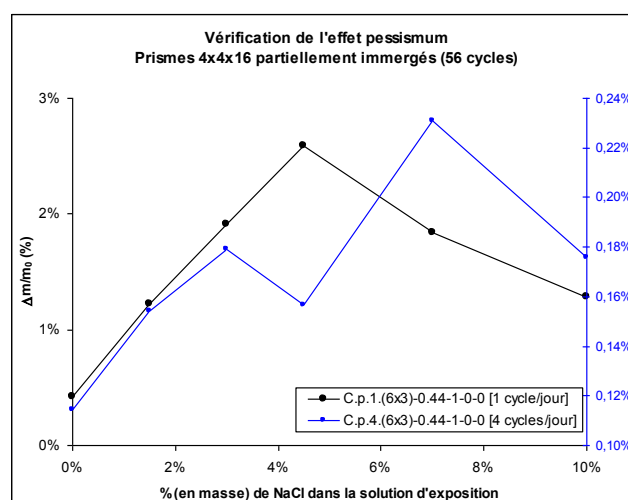


Figure 3.18 Effet pessimum pour les prismes 4x4x16 (en cm) constitués de coulis et partiellement immergés

L'effet pessimum n'est pas un phénomène général lors de l'application de cycles de gel-dégel. Il dépend du mode de détérioration : une détérioration par éclats de surface observables sur coulis contenant des micro-billes plastiques présente un pessimum de dégradation alors qu'une perte de masse en surface généralisée et très élevée sur les mortiers est croissante avec la concentration de NaCl contenue dans la solution d'exposition.

Par ailleurs, la quantité de NaCl contenue dans la solution n'est pas le seul paramètre de l'effet pessimum lorsque ce dernier est observé. L'épaisseur de la solution en contact avec la paroi exposée influe sur l'intensité de l'endommagement. Dans le cas de nos essais, le maximum de détérioration est observé pour un couple de valeurs (concentration de NaCl, épaisseur de la solution). La Figure 3.18 et le relevé effectué dans le tableau de la Figure 2.108 permettent d'établir les deux couples suivants :

- 3,0% de NaCl dans la solution d'immersion et une épaisseur de 6,8 mm,
- 7,5% de NaCl dans la solution d'immersion et une épaisseur de 15,7 mm,

Une caractéristique permanente pour l'ensemble de ces essais est une perte de masse quasi-nulle lors de l'exposition à une eau déminéralisée, et cela quel que soit le matériau et les conditions d'exposition.

### 3.2.1.3 Cycles de gel-dégel

L'étude bibliographique met en évidence la limite des comparaisons de l'influence du cycle de gel-dégel issues de différents essais (cf. sections 1.3.3.4 et 1.4.3). En effet, en fonction de l'essai réalisé, la position de la prise de température peut se trouver à proximité du corps d'épreuve (ambiance air ou liquide), en surface du corps d'épreuve ou encore au cœur de ce dernier. La Figure 2.76 présente de fortes disparités entre les courbes obtenues pour différents points de mesure lors d'un même cycle de gel-dégel.

Certains paramètres du cycle de gel-dégel présentent une influence reconnue sur la détérioration des matériaux cimentaires (cf. tableau de la Figure 1.49 de la revue bibliographique) et sont repris dans le tableau de la Figure 3.19 pour caractériser les deux cycles testés.

Le matériau et toutes les conditions d'essais étant égales par ailleurs, deux types de cycles de gel-dégel sont testés dans le cadre de cette campagne. Ils sont mentionnés comme celui de 4 cycles par jour (cf. Figure 2.76) et celui de 1 cycle par jour<sup>11</sup> (cf. Figure 2.77). Les valeurs caractéristiques relevées lors de l'application de ces deux types de cycles pour deux géométries de corps d'épreuve sont reportées dans la Figure 3.19. Les températures extrêmes et les taux de refroidissement sont plus élevés (en valeurs absolues) lorsqu'ils sont appliqués sur les prismes.

		n	$\tau_-$ (°C/h)	$\theta_{\min}$ (°C)	$h_{\min}$ (h)	$\tau_+$ (°C/h)	$\theta_{\max}$ (°C)	$h_{\max}$ (h)
1 cycle/ jour	Cube (interface)	56	-4,7	-20	5,0	7,0	19	5,0
	Prisme (cœur)	56	-7,5	-25	6,5	25,0	25	7,5
4 cycles/jour	Cube (interface)	>200	-6,5	-16	0,0	13,0	10	0,0
	Prisme (cœur)	>200	-8,8	-20	0,5	23,3	20	0,0

Figure 3.19 Caractéristiques des cycles thermiques de 6 h (4 cycles par jour) et 24 h (1 cycle par jour)

Le mortier testé au cours de cette campagne subit une plus forte détérioration lorsqu'il est exposé à 4 cycles de gel-dégel par jour que lorsqu'il est exposé à 1 cycle par jour (cf. Figure 3.20). La comparaison peut se faire à nombre de cycles égal et on observe sur les prismes 4x4x16 (en cm) que :

- la perte de masse relative moyenne est plus faible avec une exposition à 1 cycle/jour,
- le mortier exposé à 4 cycles par jour présente un allongement relatif de 0,2% à 56 cycles alors qu'on ne constate pas de gonflement pour l'exposition à 1 cycle par jour,
- le module d'élasticité subit une chute de 14% à 56 cycles avec  $(f_{56}/f_0)^2=86\%$  pour une exposition à 1 cycle par jour alors que la fréquence de résonance n'est plus mesurable dès les premiers cycles lors d'une exposition à 4 cycles par jour.

Les coulis testés sous forme de prisme 4x4x16 (en cm) présentent une influence inverse pour la perte de masse relative moyenne avec 2,4% (correspondance à 300 g/m<sup>2</sup>) à 56 cycles lors d'une exposition à 1 cycle par jour et 0,7% (correspondance à 87 g/m<sup>2</sup>) à 240 cycles lors d'une exposition à 4 cycles par jour (cf. Figure 3.20). Les résultats sur la chute du module d'élasticité sont de l'ordre de l'incertitude de mesure, ce qui traduit une résistance au gel interne dans la masse de l'éprouvette.

<sup>11</sup> Le cycle appliqué sur les corps d'épreuve 16x14x3,5 (en cm) est identique au cycle de la norme XP P 18-420 qui est le cycle appliqué sur les bétons B1, B2 et B3.

La même influence sur la perte de masse est observée pour les résultats d'essais sur cube 16x14x3.5 lors d'expositions à des solutions de surface contenant 1,5 et 3% de NaCl (cf. Figure 3.21).

Cette différence d'influence du type de cycle en fonction du matériau testé confirme que le mortier et le coulis ne subissent pas les mêmes mécanismes de dégradation : gélidisjonction par couche en surface pour le mortier et éclats de surface pour les coulis.

A nombre de cycles égal, le mortier est plus sensible au gel lors d'une exposition à 4 cycles par jour. Cela indique l'influence prépondérante du taux de refroidissement sur la gélidisjonction par couche en surface tout comme sur la détérioration interne par le gel qui accompagne, en présence de sel, la détérioration homogène de la surface. L'évolution est identique et homogène pour l'ensemble des corps d'épreuve avec une faible dispersion des mesures de perte de masse et d'allongement. Dans ce cas, on ne visualise pas de détérioration pouvant être identifiée comme un éclat localisé.

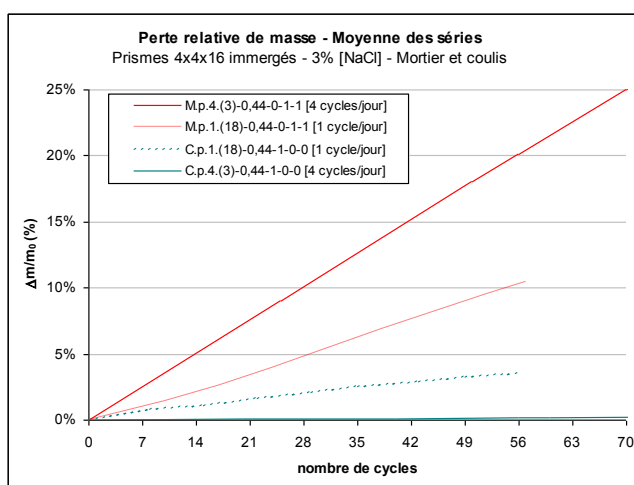


Figure 3.20 Influence du cycle thermique sur les prismes 4x4x16 (en cm) partiellement immergés

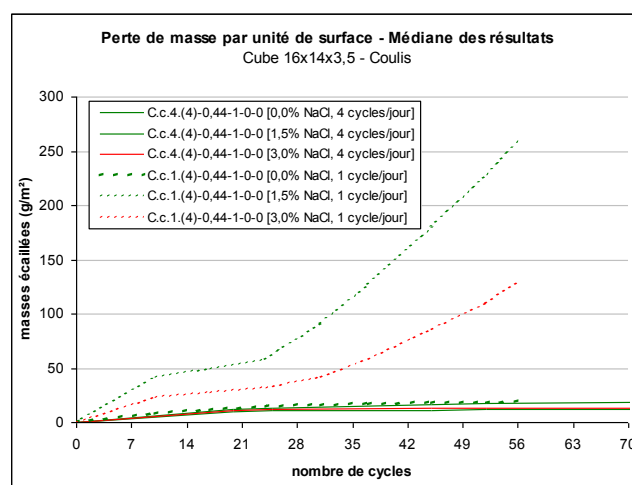


Figure 3.21 Influence du cycle thermique sur les cubes 16x14x3,5 (en cm) partiellement immergés

Dans le cas du coulis, la détérioration est beaucoup plus faible. On ne note pas de détérioration interne du matériau pour les 2 différents cycles. Les prismes partiellement immergés ne présentent pas de détérioration au gel interne (pas de chute de la mesure de fréquence de résonance ni de gonflement). Les raisons possibles de cette différence essentielle avec les mortiers qui est constitué a priori de la même pâte cimentaire sont :

- la présence bénéfique du réseau de micro-billes plastiques,
- une résistance mécanique de la matrice cimentaire élevée,
- une teneur en eau, bien qu'étant élevée, inférieure au seuil de saturation (cf. Figure 1.35 en bibliographie et Figure 2.85 pour les valeurs du degré de saturation).

La détérioration par éclats localisés de la surface des éprouvettes ne peut pas être associée à une détérioration de type gel interne, qui serait présente uniquement proche de la surface. En effet, si la surface est affectée par un gel interne, la détérioration est homogène et ne se présente pas sous une forme hétérogène localisée.

En fonction du mécanisme de détérioration, l'influence des paramètres du cycle de gel-dégel est différente :

- la gélidisjonction par couche en surface et le gel interne sont plus sensibles à une exposition à 4 cycles par jour qu'à 1 cycle par jour,
- l'endommagement par éclat de surface est plus sensible à une exposition à 1 cycle par jour qu'à 4 cycles par jour.

Ces résultats sont cohérents avec l'étude bibliographique (cf. section 1.3.3.4 et en particulier le tableau de la Figure 1.49) lorsque l'on tient compte de la phénoménologie et que l'on classe la gélidisjonction de surface dans les mécanismes de gel interne.

### **3.2.2 MESURES DE FREQUENCE DE RESONANCE, GONFLEMENT, ET ECAILLAGE**

La détérioration par gel interne du matériau est caractérisée à l'aide des mesures de la fréquence de résonance et de l'allongement relatif du corps d'épreuve.

Le carré de la fréquence de résonance, dans ces conditions d'emploi (matériau, dimension des prismes, etc.) est proportionnel au module d'élasticité du matériau. Le suivi du résultat  $(f/f_0)^2$  permet d'obtenir une représentation de l'évolution du module d'élasticité.

L'allongement relatif est représentatif du gonflement du matériau et d'une micro-fissuration interne de la pâte cimentaire qui peut aller jusqu'à la dé-structuration complète par perte de cohésion du matériau.

Dans cette étude, les mesures de fréquence de résonance et d'allongement relatif sont réalisées sur les prismes 4x4x16 (en cm) partiellement immergés. La répétabilité de ces mesures est étudiée dans la section suivante (cf. section 3.2.3). L'analyse combinée des caractéristiques du matériau, en particulier du réseau poreux et du réseau de bulles d'air, et de la résistance au gel interne est traitée dans la section 3.2.4.

La chute du module d'élasticité est mesurable au travers du rapport  $(f/f_0)^2$  pour des valeurs supérieures à 70%. Les détériorations plus importantes ne permettent pas de réaliser une mesure stable de la fréquence de résonance. La limite provient soit de la mauvaise propagation de l'onde ultra-sonore (hétérogénéité de la fissuration à cœur du matériau), soit de la limite de réception du capteur liée à une micro fissuration locale trop importante à proximité de la paroi du corps d'épreuve.

Les mesures d'allongement relatif sont délicates à analyser en raison de :

- potentielles prises des mesures sur un prisme dont la température n'est pas identique et homogène (présence d'un gradient),
- la présence de résidus (dépôts ou corrosion) sur les plots de mesures.

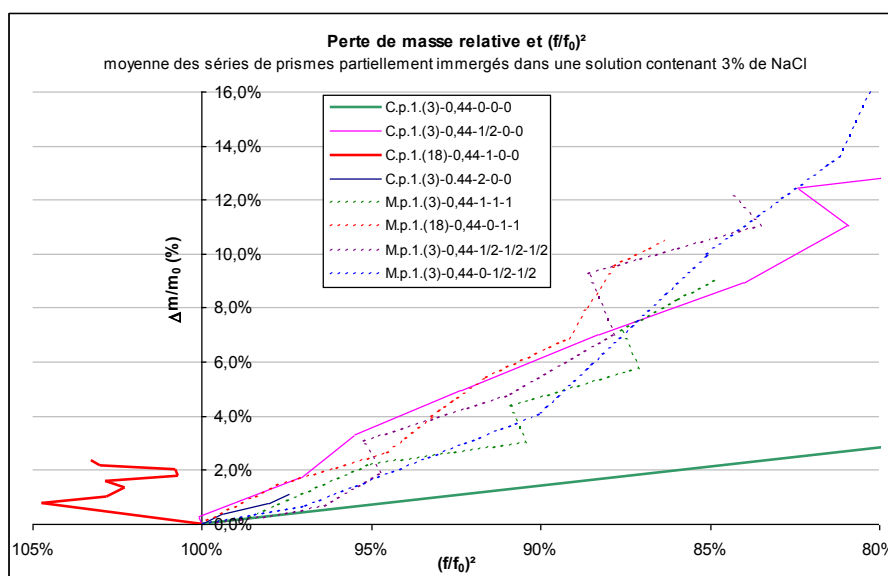
Ces deux méthodes de mesures sont complémentaires car on constate que pour l'ensemble des essais, la chute de la fréquence de résonance précède le gonflement du matériau. En effet, les mesures de fréquence de résonance ne sont déjà plus réalisables lorsque apparaît un gonflement significatif du matériau. Le seuil d'allongement relatif fixé à 0,04% dans [Recommandations gel, 2003] traduit une chute très importante du module d'élasticité et, dans le cas de nos essais, supérieure au seuil des 75% recommandés simultanément dans le même document. En pratique, la mesure du gonflement du matériau comporte l'intérêt de détecter la limite de résistance du matériau mais ne permet pas de qualifier l'évolution des caractéristiques du matériau au cours des cycles.

De manière générale et sans considération du matériau constituant les corps d'épreuve, on note qu'en présence de 3% de NaCl dans la solution, la perte relative de masse à une échéance de 56 cycles est répartie sur trois niveaux de dégradation avec les ordres de grandeur suivants :

- de 0 à 2-3% (correspondance à environ 400 g/m<sup>2</sup>) : cette bonne résistance du matériau à la perte de masse n'est pas accompagnée de modification significative du module d'élasticité ni de gonflement du matériau, la détérioration interne du matériau n'est donc pas mesurable,
- de 2-3% à 10-12% (correspondance à environ 400 à 1500 g/m<sup>2</sup>) : résistance moyenne à la perte de masse accompagnée d'une chute du module d'élasticité sans gonflement significatif du matériau,
- au-delà de 10-12% (correspondance à environ 1500 g/m<sup>2</sup>) : faible résistance à la perte de masse accompagnée d'un gonflement du matériau alors que les mesures de fréquence de résonance ne sont plus réalisables.

Ce constat est directement identifiable sur les graphes de la section 2.4.3.8 et on note une cohérence générale sur l'ensemble des résultats des essais simultanés de perte de masse, de fréquence de résonance et d'allongement relatif. Un détail sur les matériaux qui présentent une résistance moyenne à la perte de masse est présenté dans la Figure 3.22.

Le coulis sans adjuvant ni ajout, C.p.1.(3)-0,44-0-0-0, subit un mode de détérioration différent (voir section 3.2.4.4.2) et la courbe de la Figure 3.22 correspond à l'application d'une dizaine de cycles de gel-dégel et n'est plus mesurable par la suite. Le coulis C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 présente une augmentation de module accompagnée d'un retrait au cours des cycles (cf. Figure 2.116), les mesures réalisées sur 18 prismes sont peu dispersées avec un coefficient de variation de 2% (cf. Figure 3.24). Bien que l'on ne dispose pas d'explication satisfaisante, ce type d'observation se rencontre parfois lors de certains essais de gel (NF P 18-424 ou NF P 18-425) sur prismes 10x10x40 (en cm) en béton.



**Figure 3.22 Évolution de la perte de masse relative en fonction de la fréquence de résonance, immersion partielle dans 3% de NaCl**

Dans la Figure 3.22, l'ensemble des courbes formées par les mortiers et coulis (à l'exception de C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 et de C.p.1.(3)-0-0-0) est rassemblé dans un fuseau relativement étroit et à l'allure linéaire. Ce constat traduit une corrélation directe entre le gel interne et la perte de masse en surface.

Par contre, l'effet de la présence du NaCl dans la solution extérieure sur la fréquence de résonance et le gonflement des éprouvettes n'est pas explicité par ces essais. D'une part, les mesures de gonflement disponibles sur les mortiers donnent des tendances, mais sont peu précises pour être finement analysées. D'autre part, les mesures de fréquence de résonance réalisées pour différentes concentrations de NaCl ne présentent pas de baisse significative. Cela permet d'affirmer une bonne résistance au gel interne du matériau mais pas de statuer sur sa sensibilité à ce type d'endommagement en fonction de la concentration de NaCl contenu dans la solution. On notera toutefois que les essais sur mortier partiellement immergé dans une eau déminéralisée, présentent une faible perte de masse en surface alors que la micro-fissuration interne du matériau est du même ordre de grandeur que pour les immersions dans une solution contenant du NaCl.

La synthèse de mesures de fréquence de résonance et d'allongement relatif met en évidence les points suivants :

- la mesure de la fréquence de résonance est précise et sensible jusqu'à une valeur de  $(f/f_0)^2 > 70\%$ , elle précède le gonflement du matériau, ensuite la mesure n'est plus réalisable,
- le carré de la fréquence de résonance et la perte de masse en surface évoluent de manière linéaire (mortier et coulis cf. Figure 3.22),
- la mesure du gonflement est peu précise et présente des valeurs significatives lorsque la mesure de fréquence de résonance n'est déjà plus réalisable, dans ce cas la perte de masse en surface est très élevée,
- les mortiers immergés dans de l'eau déminéralisé présentent un gonflement très important avec une très faible perte de masse.

La chute du module d'élasticité est un paramètre qui évolue de manière quasi proportionnelle à l'écaillage pour les gammes moyennes de perte de masse (pour des valeurs d'écaillage inférieures à 1500 g/m<sup>2</sup> ou à 12-15% de perte relative). Dans ce cas la phénoménologie de la détérioration est localisée, hétérogène et adéquate à l'effet pessimum. La valeur du module d'élasticité est généralement corrélée à celle de la résistance mécanique du matériau, et une baisse de la fréquence de résonance traduit une évolution de la micro-fissuration interne du matériau. Ainsi deux hypothèses permettent d'expliquer la dégradation progressive (au cours des cycles) du matériau :

- la chute des caractéristiques mécaniques qui en-dessous d'un seuil ne permettent plus au matériau de résister aux sollicitations à la surface du corps d'épreuve,
- la micro fissuration qui augmente la connectivité du réseau poreux, facilite l'apport d'eau extérieur et élève le degré de saturation.

Lorsque la fréquence de résonance n'est plus mesurable et que l'on identifie un gonflement des corps d'épreuve, la perte de masse s'intensifie (détérioration rapide, supérieure à 10 kg/m<sup>2</sup>) et augmente avec la concentration en NaCl. La perte de masse n'est plus en adéquation avec l'effet pessimum. Ce gonflement des prismes n'est constaté que sur des matériaux très sensibles aux cycles de gel-dégel : le coulis sans ajout, le mortier d'un rapport E/C=0,50 sans adjuvant entraîneur d'air (cf. Figure 3.23) et le mortier d'un rapport E/C = 0,44 avec un adjuvant entraîneur d'air. Ces mortiers très sensibles au gel interne présentent un gonflement du même ordre de grandeur avec ou sans NaCl dans la solution d'immersion. Pour autant, lorsque la solution ne contient aucun agent agressif, la perte de masse en surface reste très faible.

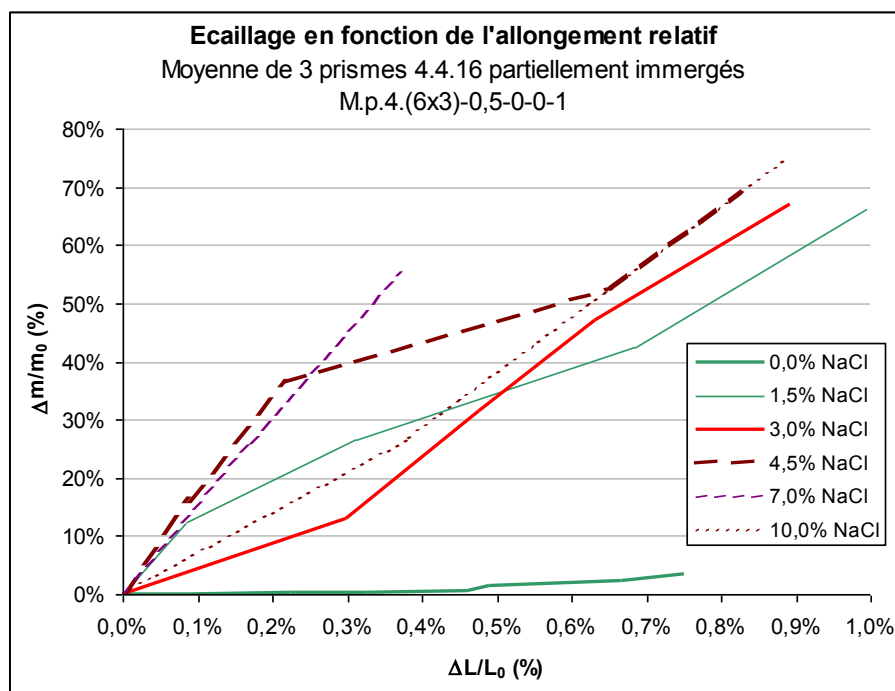


Figure 3.23 Évolution de la perte relative de masse en fonction de l'allongement relatif d'un mortier (rapport E/C=0,50, sans adjuvant entraîneur d'air) partiellement immergé dans 0,0-1,5-3,0-4,5-7,0 et 10,0% de NaCl

### 3.2.3 REPETABILITE DES MESURES DE PERTE DE MASSE, FREQUENCE DE RESONANCE ET ALLONGEMENT RELATIF

Les séries dont l'objectif est d'évaluer la répétabilité de la mesure dans une condition d'essai ont été l'objet d'une analyse statistique. Les résultats d'essais et de l'analyse statistique sont récapitulés dans la Figure 3.24. Les mesures et séries concernées sont :

- les mesures de perte de masse et du nombre de cycles pour atteindre un écaillage donné pour les 3 formules de bétons en condition d'essai normalisé XP P 18-420, cette analyse est traitée en détail dans la section 3.1 et les résultats sont reportés dans le tableau de la Figure 3.24 pour des facilités de comparaison,
- es mesures de perte de masse, de fréquence de résonance et d'allongement relatif pour deux séries de mortier, l'une sous forme de prisme 4x4x16 (en cm) et l'autre sous forme de cube 16x14x3,5 (en cm),
- les mesures de perte de masse et du nombre de cycles pour atteindre un écaillage donné, de la fréquence de résonance et d'allongement relatif pour deux séries de coulis, l'une sous forme de prisme 4x4x16 (en cm) et l'autre sous forme de cube 16x14x3,5.

L'intérêt est dans un premier temps d'identifier si les résultats de mesure sont répartis selon une loi de distribution normale.

Dans la section 3.1.1, le résultat d'essai d'écaillage sur béton selon la norme XP P 18-420 est présenté comme dispersé, distribué selon une loi log-normale et cela pour les 3 formules de béton testées présentant des résultats de 50 à 3000 g/m<sup>2</sup>.

Au cours de la campagne expérimentale sur mortier et coulis, 2 séries spécifiques sont fabriquées par matériau et exposées à 1 cycle par jour (cf. Figure 2.78) et à 3% de NaCl dans la solution. Ces séries sont composées de 12 cubes ou 18 prismes afin d'étudier la répétabilité des résultats d'essais



d'écaillage et de gel interne au travers de la fréquence de résonance et de l'allongement relatif. Les résultats des analyses statistiques de la perte de masse exprimée en  $g/m^2$ , du carré de la fréquence de résonance  $(f/f_0)^2$  et de l'allongement relatif  $(\Delta L/L_0)$  sont portés dans le tableau de la Figure 3.24.

Les valeurs de mesures de l'allongement relatif  $(\Delta L/L_0)$  et de la fréquence de résonance  $(f/f_0)^2$  sont analysées au paragraphe précédent (cf. section 3.2.2). Ces résultats de mesures suivent des lois de distribution normales.

La fréquence de résonance  $(f/f_0)^2$  est très faiblement dispersée avec un coefficient de variation égal à 2%, ce qui permet un suivi précis de la dégradation du matériau pour des valeurs supérieures à 70%.

Les mesures de gonflement sont très dispersées avec un coefficient de variation supérieur à 100%. Des résidus d'une faible dimension (quelques microns) s'interposent entre les plots et les dispositifs de mesure, ce qui génère une variation des mesures sur un même corps d'épreuve au cours des cycles. Une température des corps d'épreuve qui n'est pas suffisamment homogène et stabilisée à 20°C influence la mesure de la longueur du prisme. Malgré ces difficultés de mesure et la dispersion des résultats, l'allongement relatif est représentatif d'une dé-cohésion du matériau et d'un niveau de dégradation avancé par le gel interne.

Mortier ou coulis	Prisme ou cube	Nombre de cycle/jour	Nombre corps d'épreuve	Formulation					Perte de masse à 56 cycles			Nombre de cycles pour une perte de masse donnée			$(f/f_0)^2$ à 56 cycles				$\Delta L/L_0$ à 56 cycles							
				E/C	micro-billes	A.E.A.	Sable	Normale	Log-normale	Mesure (perte de masse)			Normale	Perte de masse à atteindre ( $g/m^2$ )	Mesures (nombre de cycles)		Normale	Log-normale	Mesures		Normale	Log-normale	Mesures			
										médiane ( $g/m^2$ )	moyenne ( $g/m^2$ )	Coefficient de variation			moyenne	Coefficient de variation			médiane	moyenne			Coefficient de variation	médiane	moyenne	Coefficient de variation
M	p	1	18	0,44	-	1	1	x		1838	1835	7%		-		x		87%	86%	3%	x		-0,02%	-0,01%	114%	
M	c	1	12	0,44	-	1	1	x		158	217	60%		-				-	-	-			-	-	-	
C	p	1	18	0,44	1	-	-	x		268	300	34%	x	176	26,6	33%			103%	103%	2%	x		-0,04%	-0,04%	148%
C	c	1	12	0,44	1	-	-	x		203	228	51%	x	102	35,3	35%			-	-	-			-	-	
Béton B1 (24 corps d'épreuve)								x		2656	3090	59%	x	927	37,6	30%			-	-	-			-	-	
Béton B2 (16 corps d'épreuve)								x		146	172	63%	x	54	36,0	32%			-	-	-			-	-	
Béton B3 (16 corps d'épreuve)								x		54	76	96%	x	50	37,6	30%			-	-	-			-	-	

Figure 3.24 Répétabilité des mesures d'écaillage (résultat par perte de masse et résultat en nombre de cycles), d'allongement relatif et de résonance sur mortier et coulis

L'analyse statistique menée sur les résultats d'écaillage montre que la distribution est log-normale pour l'ensemble des essais comme détaillé dans la section 3.1.2.1, à l'exception du mortier sous forme de prisme 4x4x16 (en cm) partiellement immergé M.p.1.(18)-0,44-0-1-1 qui présente une distribution normale des résultats.

Les résultats de ce mortier M.p.1.(18)-0,44-0-1-1 sont très faiblement dispersés avec un coefficient de variation de 7%. La distribution normale des résultats et la faible dispersion, indiquent que dans ce cas, l'interprétation de l'essai à 56 cycles rend compte d'un mécanisme majeur générant une perte de matériau à la surface des corps d'épreuve.

Pour l'ensemble des corps d'épreuve soumis à une exposition de surface :

- la loi de distribution des résultats est log-normale,
- le coefficient de répartition est d'un ordre de grandeur de 60% et augmente fortement pour les valeurs très faibles,
- l'hétérogénéité de la détérioration est plus importante et la dispersion est plus élevée que pour une immersion partielle.

La distribution log-normale des résultats peut être la conséquence d'une convolution de plusieurs mécanismes de dégradation, un élément fluctuant lié à un manque de maîtrise des conditions d'essais ou les deux à la fois. Ce constat indique que pour obtenir des résultats représentatifs lors de la réalisation d'études paramétriques d'écaillage, les conditions d'exposition et les caractéristiques du matériau forment une combinaison à prendre en compte.

La nouvelle interprétation de l'essai normalisé développée dans la section 3.1.3 prend en compte comme résultat le nombre de cycles nécessaires pour atteindre une perte de masse fixée. Cette méthode est applicable sur les séries d'essais en béton et en coulis qu'ils soient sous forme de prisme 4x4x16 (en cm) ou de cube 14x16x3,5 (en cm). Par contre, elle ne s'applique pas sur le mortier sous forme de cube, la régression linéaire par rapport à la droite de Henry est inférieure à 60%, ce qui est trop faible pour considérer qu'il y a adéquation entre une loi normale et la valeur logarithmique. Cette interprétation n'a pas été appliquée pour le mortier sous forme de prisme qui présente une très bonne adéquation à une loi normale pour un résultat correspondant à la perte de masse à 56 cycles.

La nouvelle méthode d'interprétation présente un coefficient de variation compris entre 30 et 35% pour l'ensemble des cas calculés. L'interprétation à l'aide de cette méthode permet donc de réduire la dispersion pour l'ensemble des cas traités. Ce constat indique qu'il est nécessaire de prendre en compte le nombre de cycles appliqués dans l'interprétation de la mesure.

Les différents types de distributions sont cohérents avec les différentes phénoménologies de détériorations observées. Les pertes de masse importantes et homogènes par gélidisjonction par couche en surface sont corrélées à la micro-fissuration interne du corps d'épreuve et présentent des distributions selon des lois normales accompagnées d'une faible dispersion. Les pertes de masse sous forme d'éclats ponctuels sont beaucoup plus faibles, localisées et d'une répartition hétérogène sur la surface. La masse de ces éclats ponctuels est distribuée selon une loi log-normale avec une dispersion élevée.

### 3.2.4 MATERIAUX TESTES

Trois différents matériaux ont été testés : du béton, du mortier et du coulis. Tous ces matériaux sont formulés à base de ciment de Portland artificiel de type CEMI 52,5N.

Ces matériaux sont généralement composés de 3 phases : pâte cimentaire, granulats, et vide d'air (réseau de bulles d'air, porosité connectée et non connectée).

Hormis un essai sur un mortier d'un rapport E/C de 0,50, l'ensemble des essais est réalisé sur mortier ou coulis présentant tous le même rapport E/C de 0,44.

Quelles que soient les conditions d'exposition, on note que les inclusions contenues dans un matériau cimentaire ont une forte influence sur les résultats des essais performantiels :

- pour le béton et le mortier, une auréole de transition se constitue autour des granulats et certains présentent une sensibilité au gel,
- pour le coulis sans ajout d'un rapport E/C supérieur à 0,30, l'exposition à des cycles de gel-dégel entraîne une fracturation dans la masse du matériau.

Une première campagne expérimentale a été réalisée sur trois formules de béton. Des essais de pénétration de chlorure concomitants ont également été réalisés sur ces matériaux et l'analyse des résultats est présentée ci-dessous.

Afin de limiter l'influence des granulats, une seconde campagne expérimentale utilise des corps d'épreuve constitués de mortier pour éviter les coupures supérieures à 4 mm. Le sable employé est le sable CEN très peu sensible au gel (cf. Figure 2.35 et Figure 2.36).

Des micro-billes plastiques ont été ajoutées dans certains mortiers et dans le coulis, elles améliorent la résistance au gel-dégel en présence d'une solution contenant ou non du NaCl.

#### *3.2.4.1 Évolution et influence de la présence de l'agent agressif au sein du matériau*

La présence de NaCl dans la solution au cours de l'exposition à des cycles de gel-dégel présente une influence directe qui est traitée dans la section 3.2.1.2. Les ions chlorure présents dans la solution extérieure ont également un effet indirect en pénétrant dans le matériau au cours des cycles. L'étude bibliographique (cf. section 1.3.2.3) indique que la présence de NaCl dans la solution interstitielle ne modifie pas la perte de masse en surface du béton lors de l'exposition à des cycles de gel-dégel. Cependant, il est nécessaire de confirmer ces conclusions issues de l'étude bibliographique par des mesures simultanées d'écaillage et de pénétration des ions chlorure dans le béton. L'évaluation de la pénétration des ions chlorure est destructive pour le corps d'épreuve, elle ne pourra être réalisée qu'après l'exposition aux cycles de gel-dégel.

Les essais combinés d'écaillage et de front de pénétration des ions chlorure ont été réalisés sur les formules de béton B1 et B3. Des mesures de profil de concentration des chlorures libres et totaux ont également été réalisées sur la formule de béton B1.

Les procédures d'essais et les résultats sont présentés dans la section 2.3.5.

Pour les corps d'épreuve exposés à 3% de NaCl et 56 cycles de la formule de béton B1, le front de pénétration des chlorures, présenté dans la Figure 2.53, se situe dans un fuseau à large bande (environ 4 mm). Ce fuseau est légèrement ascendant avec une valeur centrée sur 4 mm pour les faibles valeurs d'écaillage et 11,5 mm pour les valeurs d'écaillage élevées. Le béton B3 présente une hauteur du front de pénétration des chlorures du même ordre de grandeur, avec des valeurs comprises entre 12 et 15 mm.

Les 24 corps d'épreuve de la formule de béton B1 exposés à 3% de NaCl et soumis à 56 cycles de gel-dégel présentent les résultats suivants :

- médiane égale à 11,5 mm,
- moyenne égale à 11,5 mm,
- écart type égale à 2,5 mm.

Ces résultats ont conduit à vérifier l'adéquation de la distribution de ces résultats à une loi normale. Cette loi de distribution ainsi que la loi log-normale de répartition des masses écaillées dont le calcul est détaillée dans la section 3.1.2.1 sont reportées dans la Figure 3.25.

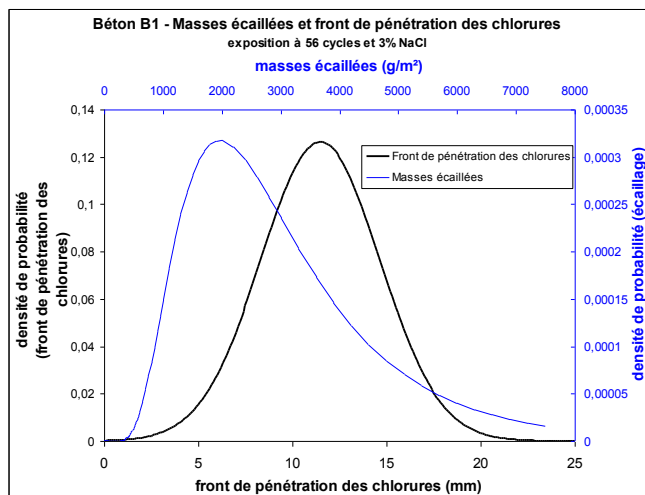
Les mesures sont réalisées sur les mêmes corps d'épreuve et soumis à des conditions d'exposition identique. Pourtant les résultats des mesures ne sont pas distribués suivant les même lois.

Les fronts de pénétration de chlorures ont également été évalués pour différentes concentrations de NaCl contenu dans la solution de surface, et ce, pour les formule de béton B1 et B3.

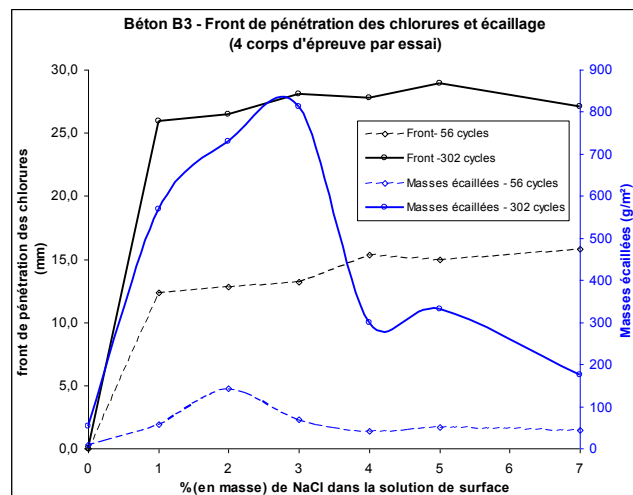
La Figure 2.54 présente les fronts de pénétration de chlorures et les masses écaillées de la formule de béton B1 à une échéance de 56 cycles.

La Figure 3.26 présente les mesures de la formule B3 pour des essais à une échéance de 56 et 302 cycles. L'ensemble de ces courbes présente les mêmes tendances :

- un effet pessimum pour les masses écaillées,
- une augmentation brutale de la hauteur du front de pénétration des ions chlorure jusqu'à l'atteinte d'un palier (ou d'une faible pente) avec l'augmentation de la concentration de NaCl dans la solution de surface.



**Figure 3.25 Béton B1 - Lois de distribution normale (front de pénétration des chlorures par colorimétrie) et log-normale (masses écaillées) des mesures pour une exposition à 3% de NaCl et une échéance de 56 cycles**



**Figure 3.26 Béton B3 – Front de pénétration des ions chlorure par colorimétrie et effet pessimum**

Pour les résultats à 56 cycles des formules B1 ( $E/C = 0,39$ , cf. section 2.3.2.1 pour plus de détails) et B3 ( $E/C = 0,45$ , cf. section 2.3.2.3 pour plus de détails), la hauteur du front de pénétration des ions chlorure est sensiblement identique, elle est comprise entre 12 et 15 mm. Par contre, la quantité de masses écaillées ne présente pas le même ordre de grandeur pour les deux formules de béton.

A 302 cycles, la hauteur de pénétration des ions chlorure de la formule de béton B3 atteint 25 à 30 mm pour les concentrations de NaCl de la solution de surface supérieures à 1%.

Les profils de teneur en chlorures réalisés sur la formule de béton B1 présentent des résultats conformes à ceux usuellement obtenus lors de ce type d'exposition. La teneur augmente en surface avec la concentration de NaCl dans la solution de surface ou avec le temps (correspondance avec l'augmentation du nombre de cycles d'exposition).

Les courbes de profil sont présentées dans :

- la Figure 2.55 pour une exposition à 3% de NaCl à une échéance de 56 cycles,
- la Figure 2.56 pour une exposition à une solution de surface contenant 1,5-3,0 et 6,0% de NaCl à une échéance de 56 cycles,
- la Figure 2.57 pour une exposition à une solution contenant 3% de NaCl et à une échéance de 14-28-42 et 56 cycles.

Les corps d'épreuve exposés à différentes concentrations de NaCl et à 56 cycles présentent des résultats de teneur en chlorures cohérents :

- pour une exposition à 1,5% de NaCl, la teneur en chlorures est sensiblement plus faible que la moyenne obtenue pour les corps d'épreuve exposés à 3% de NaCl, on notera toutefois un résultat d'écaillage très élevé,
- pour une exposition à 6% de NaCl, la teneur en chlorures est plus élevée que l'ensemble des résultats obtenus pour une exposition à 3% de NaCl et 56 cycles.

La Figure 3.27 indique que pour une exposition à 14 ou 28 cycles de gel-dégel, la teneur en chlorures est très élevée proche de la surface, et le résultat d'écaillage est très faible sur ces corps d'épreuve.

Pour des expositions à 3% de NaCl et à 56 cycles, à l'exception d'une valeur, la teneur en chlorures totaux proche de la surface augmente quasi-linéairement avec l'écaillage. Toutefois, cette tendance est fondée sur un faible nombre d'essais d'écaillage et ne peut, à ce stade, être considérée comme une conclusion définitive.

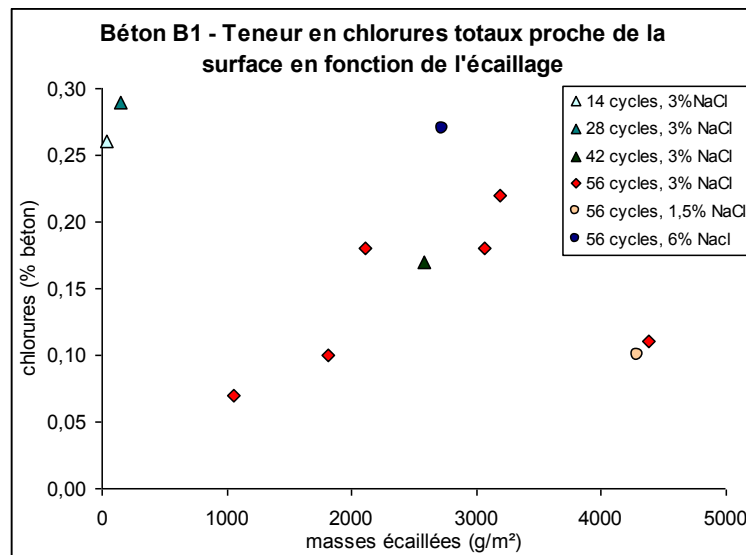


Figure 3.27 Teneur en chlorures totaux proche de la surface en fonction de l'écaillage

Les mesures couplées du front de pénétration de chlorures et des masses écaillées sur les mêmes corps d'épreuve indiquent, dans la Figure 3.25, que ces résultats ne sont pas distribués selon les mêmes lois : loi log-normale pour l'écaillage (perte de masse par unité de surface) et normale pour la profondeur du front de pénétration des chlorures. De plus, la Figure 3.26 présente le résultat d'écaillage comme en adéquation avec l'effet pessimum alors que le front de pénétration atteint très rapidement un palier avec l'augmentation de la quantité de NaCl dans la solution d'exposition.

Ces deux éléments confirment que la présence de NaCl dans la solution interstitielle et la quantité de masse écaillée ne sont pas corrélées.

On note toutefois, dans la Figure 3.27, que pour 5 corps d'épreuve sur 6 constitués du même béton, exposés à 3% de NaCl et à une échéance de 56 cycles, la teneur de NaCl présente à la surface du béton augmente avec la quantité de masse écaillée. Ce constat apparaît contradictoire avec les conclusions précédentes mais conforte le modèle de solidification d'une solution contenant du NaCl à proximité de la paroi d'un corps d'épreuve (cf. section 3.3.1).

### 3.2.4.2 Écaillage du matériau béton

#### 3.2.4.2.1 Caractéristiques du matériau des bétons B1 et B3 et résistance à l'écaillage

Cette section traite essentiellement des formules de béton B1 et B3 car on ne dispose pas des caractérisations nécessaires sur la formule de béton B2 dont l'objectif était de confirmer les résultats de répétabilité obtenue sur la formule B1.

Les résultats de mesures sont présentés en détail et commentés dans la section 2.3.2.1.2 pour le béton B1 et dans la section 2.3.2.3.2 pour le béton B3. Les principaux résultats nécessaires à l'analyse de l'influence des caractéristiques du matériau sur la résistance à l'écaillage sont regroupés dans le tableau de la Figure 3.28.

On peut situer les deux formules de béton dans une même gamme de résistance mécanique. Par contre des différences significatives caractérisent les deux formules :

- la porosité accessible à l'eau et surtout l'absorption capillaire sont plus faibles pour le béton B1,
- le facteur d'espacement est plus élevé pour la formule B1, ce qui apparaît plutôt comme un facteur défavorable pour la résistance au gel interne.

	Résistance mécanique $F_{cm28}$ MPa	Porosité accessible à l'eau	Absorption capillaire (kg/m <sup>2</sup> )		$L_{barre}$ (μm)	Écaillage (g/m <sup>2</sup> )
			24 h	48 h		
Béton B1	42,5	10,0%	3,9	4,8	441	3090
Béton B3	49,0	13,8%	9,4	11,3	190	172

Figure 3.28 Caractéristiques des bétons B1 et B3 et résultats d'écaillage (moyenne sur 24 corps d'épreuve pour B1 et 16 corps d'épreuve pour B3)

Dans le cas de ces essais, le facteur d'espacement apparaît donc comme une caractéristique du matériau qui influe de manière prépondérante sur le résultat d'écaillage. L'influence de ce paramètre est identifiée dans la Figure 1.43, qui présente des résultats d'écaillage sur des dérivées de la formule B1 en fonction de la quantité d'air entraîné.

#### 3.2.4.2.2 Phénoménologie de la dégradation des formules de bétons B1, B2 et B3

Sur un plan qualitatif, la détérioration par écaillage d'une surface exposée n'est pas homogène en fin d'essai (à 56 cycles). Le nombre et l'étendue des zones dégradées sont variables comme le présentent la série de photos de la Figure 3.29. Un détail de chaque étape de la réalisation de cet essai est présenté en Annexe 5.

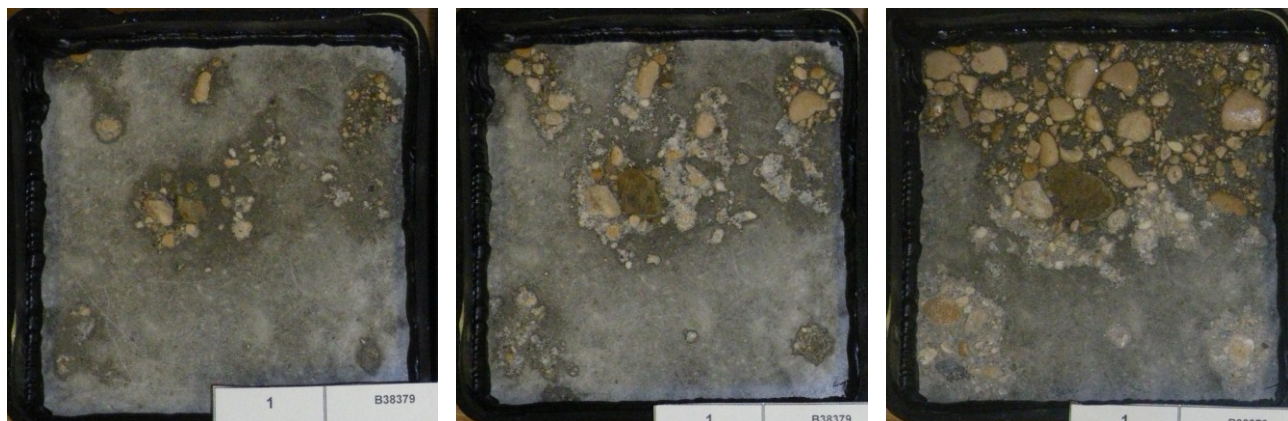
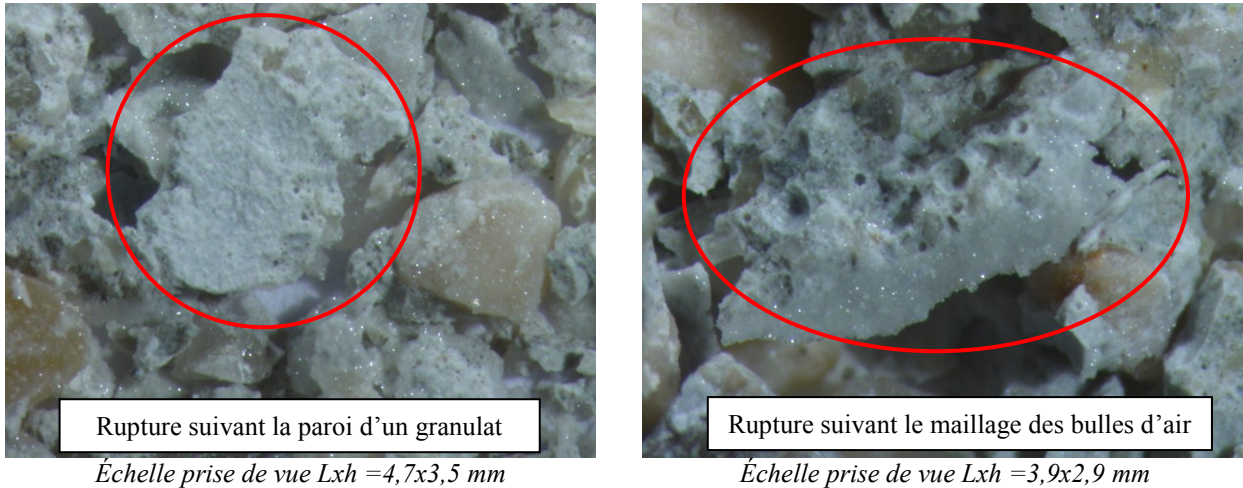


Figure 3.29 Zones d'amorce et de propagation de la détérioration par écaillage à 3% de NaCl, corps d'épreuve (15x15 en cm) photographié à 20, 34 et 56 cycles (essai n°3177-1)

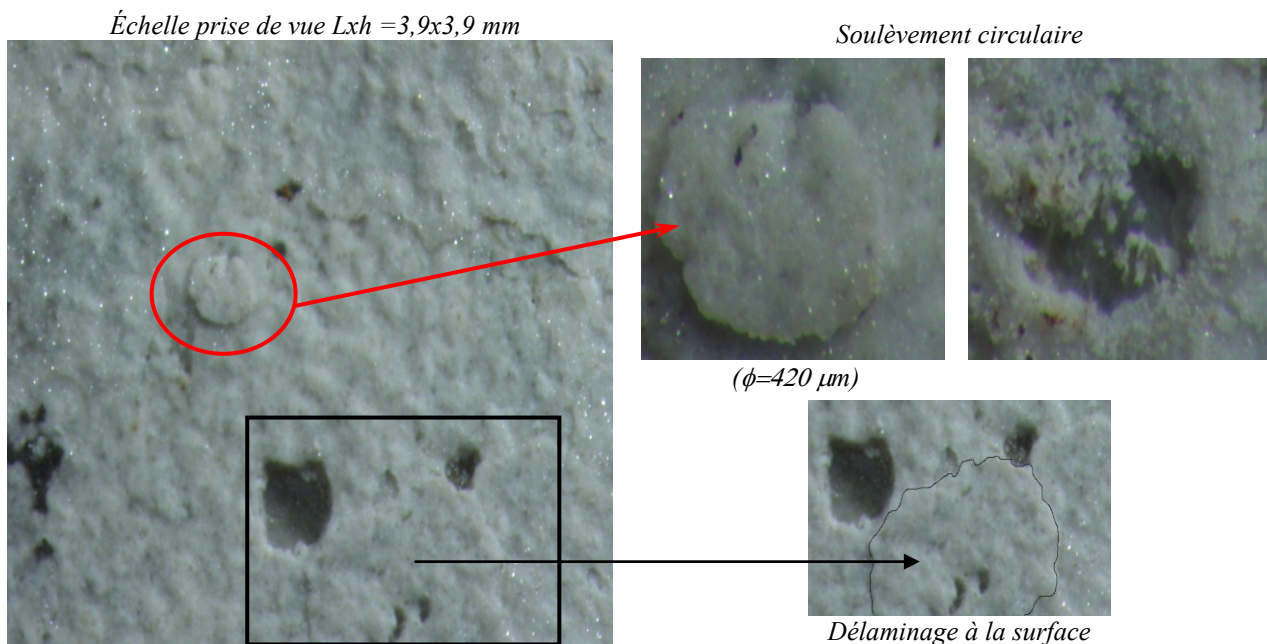
Cette observation à l'échelle macroscopique traduit une évolution de la dégradation en deux temps : une période d'initiation de la dégradation et une période de propagation. La deuxième phase semble plutôt homogène sur l'ensemble des éprouvettes une fois la dégradation initiée. Par contre, le nombre et la date de formation des zones d'initiation de la dégradation sont très variables selon les corps d'épreuve.



**Figure 3.30 Résidus d'écaillage de la formule B1 - Illustration des faciès de rupture mécanique**

Les fortes dégradations (béton B1) conduisent à supprimer la partie supérieure de la pâte cimentaire, puis à déchausser les gros granulats. Les masses écaillées sont alors constituées de pâte cimentaire, mais également de sable et de granulats de faibles dimensions. Les faciès de rupture mécanique des résidus observés au sein de la pâte cimentaire sont au moins de 2 types :

- rupture suivant le réseau de bulles d'air dense dans la pâte cimentaire,
- rupture suivant la paroi des granulats.



**Figure 3.31 Béton B1 - Soulèvement circulaire et délaminage à la surface de la pâte cimentaire**

Dans les deux cas, ces ruptures sont associées à un plan de faiblesse mécanique. Les éclats obtenus sont d'une taille comprise entre 1 et 5 mm, et semblent conserver leur intégrité (cohésion et

résistance mécanique).

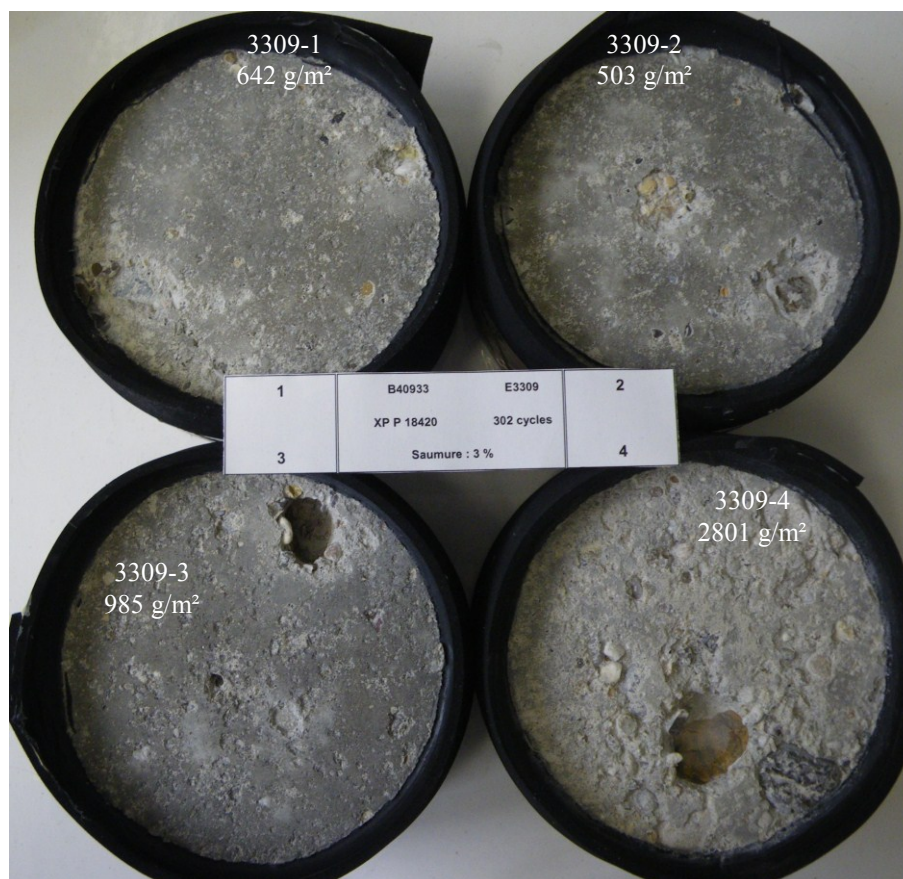
L'observation au microscope optique des corps d'épreuve exposés, pour les trois formules B1, B2 et B3, ne révèle pas de fissures apparentes à la surface de la pâte cimentaire. Mais cette observation (cf. Figure 3.31) permet d'identifier deux autres modes de détérioration à la surface du corps d'épreuve :

- dé-solidarisation et soulèvement d'une demi sphère ( $\phi=420 \mu\text{m}$ ) dans l'épaisseur continue de la pâte cimentaire. Cet élément a perdu sa cohésion et se détériore dès qu'on le touche comme illustré dans la photo en haut à droite de la Figure 3.31,
- délaminage de la pâte cimentaire par couche (épaisseur de l'ordre du  $\mu\text{m}$ ) également visible sur la photo en bas à droite de la Figure 3.31.

Lors de ces deux types de détérioration, la partie de pâte cimentaire dé-solidarisée du corps d'épreuve a perdu son intégrité (perte de cohésion).

Certains essais sont perturbés par la présence de granulats sub-surface. Ce phénomène peut représenter une grande partie du résultat final d'écaillage. L'observation des corps d'épreuve en fin d'essai laisse parfois apparaître une forte hétérogénéité liée à la présence des granulats comme l'indique la Figure 3.32, représentant 4 corps d'épreuve de la formule B3 après 302 cycles d'exposition. Proches de la surface, leurs détériorations participent à la perte de masse en surface par la prise en compte dans la masse écaillée :

- des particules de granulats détériorés qui se sont détachées du corps d'épreuve,
- de la pâte cimentaire emportée par les fragments de granulats détériorés.



**Figure 3.32 Béton B3 – Corps d'épreuve après 302 cycles d'exposition à 3% de NaCl (essai n°3309 -  $\phi = 16 \text{ cm}$ )  
Résultat d'écaillage biaisé par la détérioration de granulats**



La masse d'un granulat sphérique d'un diamètre de 22,4 mm et d'une densité de 1,7 atteint 10 g, ce qui représente plus de 444 g/m<sup>2</sup> (pour une surface exposée de 15x15 (en cm)). A ces 444 g/m<sup>2</sup>, il faut ajouter le départ de la couche de pâte cimentaire présente au-dessus du granulat. Cette valeur est élevée en comparaison à la valeur seuil de 600 ou 750 g/m<sup>2</sup> [Recommandations gel, 2003].

### 3.2.4.3 Écaillage du mortier

#### 3.2.4.3.1 Caractéristiques du matériau pour les mortiers et écaillage

Les mortiers ne contenant pas de micro-billes plastiques sont traités dans cette partie. Les caractéristiques des matériaux sont présentées en détail dans la section 2.4.1.5 et les principaux résultats de résistance au gel interne et à l'écaillage sont regroupés dans la Figure 3.33.

Dénomination	Formulation			Caractérisation du matériau								Résultats d'essais						
	E/C	Adjuvant entraîneur d'air (1u = 2,3 g)	Sable (1u = 1350 g)	Résistance compression F <sub>ck28</sub> Mpa	Porosité par intrusion au mercure (% en volume)		Porosité accessible à l'eau (% en masse)		Degré de saturation**	Absorption capillaire (kg/m <sup>2</sup> )				L <sub>haire</sub> (µm)	Nombre de cycles par jour	fréquence de résonance (f/f <sub>0</sub> ) <sup>2</sup>	Allongement relatif Δl/l	perte de masse relative (%)
					/Vp	/Mp	24 h			48 h								
			/Mp	/Mp														
M.p.4	0,50	-	1	>52,5*	11,3	33,9	16,3	29,3	63%	7,3	21,9	8,3	24,9	605	4	-	0,89%	67,1%
M.p.4	0,44	1	1	60,1	16,4	49,3	14,6	45,2	52%	5,8	18,1	7,3	22,5	58	4	-	0,65%	63,7%
M.p.1	0,44	1	1												1	86%	-0,01%	10,5%
M.p.1	0,44	1/2	1/2	56,7	13,7	28,2	14,2	48,9	87%	4,8	9,8	6,3	13	-	1	72%	0,02%	31,6%

\*Valeur issue des caractéristiques initiales des composants

\*\*Rapport de la teneur en eau sur la porosité accessible à l'eau (évalué sur les corps d'épreuve en début d'essai)

Figure 3.33 Caractéristiques des mortiers et résistance au gel-dégel en présence de 3% de NaCl

Le mortier d'un rapport E/C égale à 0,50, sans adjuvant entraîneur d'air, présente une très faible résistance au gel interne en raison de l'absence d'un réseau de bulles d'air entraîné. La résistance au gel interne n'est pas assurée et on constate que la résistance à l'écaillage est également très faible. L'ajout d'un adjuvant entraîneur d'air et l'abaissement du rapport E/C à 0,44 ont légèrement amélioré la résistance au gel interne et à l'écaillage. Bien que cela n'apparaisse pas directement dans la Figure 3.33, 112 cycles (à 4 cycles par jour) sont nécessaires pour détériorer le corps d'épreuve constitué d'un mortier d'un rapport E/C=0,50 sans adjuvant ni ajout, ce chiffre est porté à 208 pour un mortier de 0,44 contenant un adjuvant entraîneur d'air.

Les conditions d'exposition et en particulier le type de cycle (4 cycles par jour ou 1 cycle par jour) apportent une différence très significative sur les résultats (cf. section 3.2.1.3).

La formule contenant moins d'adjuvant entraîneur d'air (1/2 unité) et de sable (1/2 unité) est moins résistante au gel interne et à la perte de masse en surface. Ce constat trouve deux explications :

- un degré de saturation très élevé au démarrage de l'essai (voir correspondance avec la Figure 1.35 en bibliographie),
- un facteur d'espacement très certainement plus élevé, bien qu'il n'ait pas été mesuré, les mesures d'air occlus sur mortier frais présentés dans la Figure 2.80 indiquent une plus faible quantité d'air dans le matériau lorsque l'on diminue la quantité d'adjuvant entraîneur d'air.

On constate cependant qu'un facteur d'espacement très faible, avec une valeur de 58 µm, et un rapport E/C égal à 0,44 n'assurent pas systématiquement une protection contre le gel interne. Cette détérioration est identifiée par la mesure de la fréquence de résonance mais on ne constate pas de gonflement significatif. La perte de masse est également d'un ordre de grandeur élevée (10,5% correspondant à 1835 g/m<sup>2</sup>).

### 3.2.4.3.2 *Phénoménologie de la dégradation sur mortier*

Le mortier testé durant cette campagne expérimentale est faiblement résistant aux cycles de gel-dégel. Lorsque les corps d'épreuve sont soumis à une exposition de surface (voir section 2.3.8.1.2 et M.c.1.(12)-0,44-0-1-1), ils présentent deux types de détérioration de la pâte cimentaire identiques à celles présentes sur le béton : soulèvements circulaires et délaminage de la surface (cf. Figure 3.31).

Lorsque la solution contient du NaCl, on observe la progression d'une détérioration de surface couche par couche, cycle après cycle. Cette détérioration est homogène et elle est accompagnée d'une baisse du module d'élasticité et d'un fort allongement relatif des prismes alors que la pâte cimentaire au cœur de l'éprouvette reste cohérente.

L'épaisseur détériorée est fonction de la concentration en NaCl. La détérioration est également présente sur la surface non immergée du corps d'épreuve partiellement immergé. Après 7 cycles de gel-dégel l'épaisseur de la couche détériorée est quasiment nulle pour une exposition à une solution d'eau déminéralisée et peut atteindre une épaisseur de 1 mm pour un prisme partiellement immergé dans une solution contenant 10% de NaCl (cf. Figure 2.98).

### 3.2.4.4 *Écaillage du coulis sans ajout ni adjuvant*

#### 3.2.4.4.1 *Caractéristiques du coulis sans adjuvant ni ajout, et écaillage*

Le coulis sans adjuvant ni ajout présente des résultats de caractérisation sur matériau durci qui sont très similaires à ceux obtenus sur le coulis contenant une unité (12 g pour 450 g de ciment) de micro-billes plastiques (voir section 2.4.1.5). Les deux différences majeures sont :

- un facteur d'espacement des micro-billes plastiques égal à 82  $\mu\text{m}$  alors que la quantité d'air occlus est égale à 0,5% pour le coulis sans ajout ni adjuvant (cf. Figure 2.80 et Figure 2.86),
- un degré de saturation de 98% pour le coulis sans adjuvant ni ajout alors qu'il est égal à 56% pour le coulis contenant des micro-billes plastiques (cf. Figure 2.85).

Le coulis sans adjuvant ni ajout est totalement détérioré entre 7 et 14 cycles alors que le coulis contenant des micro-billes plastiques est très résistant au gel interne et à la perte de masse.

L'apport de micro-billes plastiques participe très certainement à la résistance au gel interne du matériau par le rôle de vase d'expansion qu'elles peuvent assurer face aux pressions hydrauliques que rencontre le matériau exposé aux cycles de gel-dégel.

Le coulis sans adjuvant ni ajout présente un degré de saturation initial égal à 98% (cf. Figure 2.85) au début de l'exposition aux cycles de gel-dégel. Cette valeur élevée indique une forte connectivité de la porosité capillaire ou de l'existence d'une micro-fissuration de la pâte cimentaire, potentiellement liée au retrait plastique, permettant un apport d'eau libre au cœur du matériau.

Lorsque le coulis contient une quantité unitaire de micro-billes plastiques, on constate que le degré de saturation, égal à 56% (cf. Figure 2.85), est beaucoup plus faible.

Plusieurs hypothèses expliquent le faible apport d'eau libre extérieur et donc la faible connectivité du réseau capillaire ou l'absence de micro-fissuration :

- les micro-billes ont une résistance mécanique suffisante en phase d'hydratation pour diminuer le retrait plastique et limiter la micro-fissuration de la pâte cimentaire,
- l'hydratation de la pâte cimentaire est modifiée à l'approche de la paroi de ces micro-billes (formation d'une auréole de transition), ce qui induit un comportement viscoplastique du matériau en phase de prise et limite le retrait plastique,
- l'hydratation de la pâte cimentaire est modifiée par la présence des micro-billes et le réseau poreux est plus faiblement connecté.

La diminution du retrait plastique et un comportement viscoplastique peuvent limiter la fissuration interne du matériau en phase d'hydratation du ciment. Ce réseau de fissuration interne du coulis sans adjuvant ni ajout, constitue un réseau de cheminement rapide et direct de l'eau vers l'ensemble des pores capillaires et élève le degré de saturation à 98% en début d'essai qui n'existe plus lorsque l'on apporte une quantité suffisante de micro-billes plastiques.

#### 3.2.4.4.2 Phénoménologie de la dégradation des coulis sans ajout ni adjuvant

Les coulis de ciment sans ajout présentent de manière générale une très faible résistance au gel-dégel.

Un corps d'épreuve cubique (exposition de surface) constitué d'un coulis sans ajout de rapport  $E/C = 0,45$  se fracture dans la masse en moins de 10 cycles de gel-dégel (cf. Figure 2.71). Lorsque le rapport  $E/C$  est égal à 0,3, le coulis soumis à des cycles de gel-dégel résiste à 56 cycles et présente des éclats de surface d'un diamètre inférieur à 1 mm.

Pour les prismes constitués de coulis sans ajout, partiellement immergés, on constate dès les premiers cycles un gonflement important et des éclats de taille centimétrique à la surface du corps d'épreuve. La géométrie de ces éclats est de forme sphérique dans le coulis, comme illustré dans la Figure 3.34. Ensuite, une fracturation généralisée (linéaire dans l'axe longitudinal dans le cas d'un prisme) engendre la détérioration complète du corps d'épreuve avant l'application d'une quinzaine de cycles de gel-dégel (cf. Figure 2.118 et Figure 2.119 pour l'enchaînement des deux étapes).



**Figure 3.34 Coulis sans ajout présentant des éclats sphériques de surface après immersion partielle dans une solution contenant 3% de NaCl et soumis à 4 cycles de type écaillage (1 cycle par jour)**

Le coulis sans adjuvant ni ajout, présente un mode de détérioration spécifique. Malgré la forte résistance mécanique de la matrice cimentaire (en compression et en traction par flexion, cf. Figure 2.81), une fracturation à cœur du matériau en quelques cycles peut trouver une explication avec la micro-fissuration initiale (retrait d'hydratation et retrait endogène).

Ce type de détérioration en terme de phénoménologie et nombre de cycles appliqués est similaire à la description réalisée par [Letavernier & Ozouf, 1987] pour des modes de détérioration appelés *écaillage* et *gélidisjonction* (voir section 1.3.4).

Par analogie, on appellera donc ces deux modes de détérioration éclats de surface sphérique dans la masse (voir Figure 3.34) et gélidisjonction à cœur (voir Figure 2.119).

#### 3.2.4.5 *Écaillage des coulis et des mortiers contenant des micro-billes plastiques*

Les essais sont réalisés sur 5 formules de mortiers et coulis contenant des micro-billes plastiques. Les caractéristiques de ces matériaux sont présentées en détail dans la section 2.4.1.5. On note en particulier les deux tendances d'évolution des matériaux en fonction des formulations suivantes :

- une baisse significative de la résistance mécanique du matériau avec l'augmentation de la quantité de micro-billes plastiques (phénomène identique avec l'adjuvant entraîneur d'air),
- l'ajout de micro-billes plastiques lors de la fabrication augmente la porosité totale mesurée par intrusion au mercure mais diminue la porosité accessible à l'eau et l'absorption capillaire.

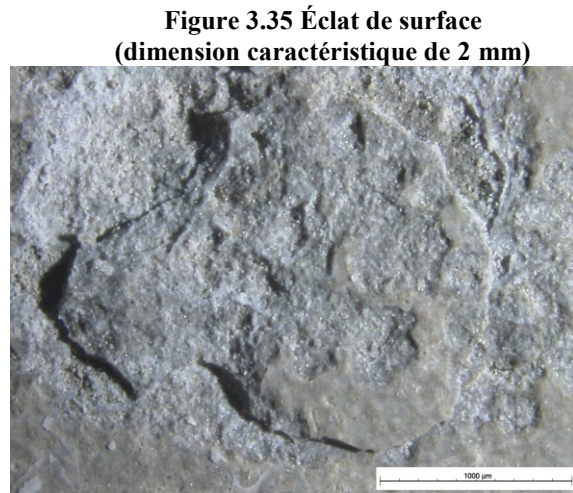
L'ajout de micro-billes plastiques améliore nettement la résistance au gel en présence de sel d'un coulis ou d'un mortier. On constate en particulier que :

- la détérioration interne devient rapidement inexistante (arrêt du gonflement et de la chute du module d'élasticité),
- les éclats de surface diminuent en nombre et en dimension,
- un palier de perte relative de masse est atteint à partir d'une certaine quantité d'ajout de micro-billes plastiques.

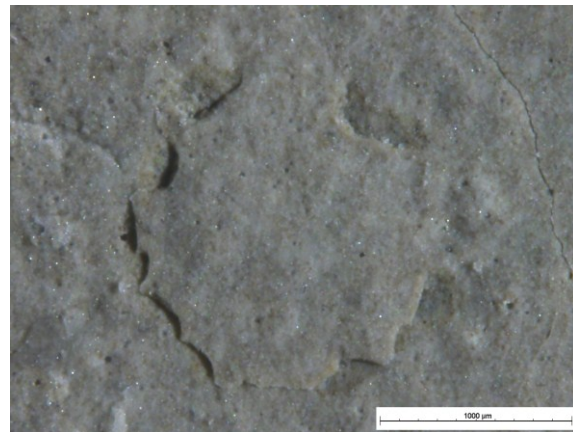
Les éclats générés lors de l'exposition aux cycles de gel-dégel présentent des géométries et des dimensions caractéristiques variées telles que présentées dans les illustrations de la Figure 3.35, de la Figure 3.36 et de la Figure 3.37.



**Figure 3.36 Éclat de surface**  
(dimension caractéristique de 1 cm)



**Figure 3.35 Éclat de surface**  
(dimension caractéristique de 2 mm)



**Figure 3.37 Éclat de surface**  
(dimension caractéristique de 1 mm)

Les micro-billes plastiques peuvent apporter au moins deux modifications par rapport à un coulis sans adjuvant ni ajout. D'une part, elles ont potentiellement le même effet que le réseau de bulles d'air dans la pâte cimentaire durcie en ce qui concerne le rôle de vase d'expansion lors de surpressions hydrauliques. D'autre part, l'hydratation de la pâte cimentaire est modifiée par la présence de ces inclusions. Un effet de paroi similaire à celui des granulats peut générer une auréole de transition. Comme les granulats, il est également possible que les inclusions jouent un rôle lors de la répartition des micro-fissures liées au retrait. L'ensemble de ces propriétés reste à démontrer.

### 3.2.5 SYNTHÈSE

Cette synthèse relève les constatations majeures réalisées dans la présente section. Il apparaît de manière générale que lors de la réalisation d'une campagne expérimentale paramétrique sur l'écaillage, les conditions d'exposition et les caractéristiques du matériau sont une combinaison à prendre en compte lors de la qualification ou de la comparaison des résultats.

Différentes conditions d'exposition sont testées : exposition de surface ou immersion partielle, 2 types de cycles de gel-dégel et une variation de la concentration de NaCl dans la solution d'exposition.

Lors d'une exposition de surface, seule la surface exposée est en contact avec la phase liquide. Le degré de saturation du corps d'épreuve évolue localement au cours de l'exposition aux cycles de gel-dégel. Ce type d'exposition présente le risque d'une évolution locale des propriétés du matériau (augmentation de la perméabilité) qui peut conduire, le cas échéant, à la percolation de tout ou partie de la solution d'exposition au travers du corps d'épreuve. On constate alors un palier de perte de masse.

On note, par ailleurs, que ce mode d'exposition peut conduire à une échelle de détérioration (éclats de surface centimétrique) que l'on n'observe pas lors d'une immersion partielle, toutes autres conditions d'expositions identiques et pour un corps d'épreuve constitué du même matériau. Lors d'une exposition de surface, la mesure de perte de masse est distribuée selon une loi log-normale et présente une forte dispersion avec un coefficient de variation supérieur à 60% (cf. Figure 3.24).

Toutes conditions égales par ailleurs, la perte de masse obtenue lors d'une exposition de surface est toujours plus faible que celle obtenue lors d'une immersion.

Lors d'une immersion partielle, les parois du corps d'épreuve (à l'exception de la face supérieure) sont en contact avec la phase liquide. Les conditions d'exposition sont identiques au cours des cycles et l'on peut estimer que l'évolution des propriétés du matériau est plus homogène. Ce dernier point serait à confirmer par des essais spécifiques de caractérisation locale des matériaux après exposition aux cycles de gel-dégel. A l'exception des mortiers, les mesures de perte de masse en surface sont également distribuées selon une loi log-normale et elles sont plus faiblement dispersées lors de ce type d'exposition (coefficient de variation inférieur à 30%, voir Figure 3.24). On note pour les mortiers une très forte perte de masse en surface, très peu dispersée (coefficient de variation de 7%, voir Figure 3.24) répartie selon une loi de distribution normale.

Deux types de cycles de gel-dégel ont été testés : 4 cycles par jour pour une exposition correspondant au cycle de l'essai normalisé de gel interne et 1 cycle par jour pour une exposition correspondant au cycle de l'essai normalisé d'écaillage.

Les tendances d'évolution en ce qui concerne la perte de masse sont généralement conformes aux informations issues de l'étude bibliographique (cf. Figure 1.49), à l'exception des mortiers. Ces mortiers présentent un mode de détérioration spécifique (gélifraction par couche en surface) et d'une intensité très élevée. Lors de cette détérioration, l'évolution de la perte de masse en surface augmente lorsque l'on passe d'une exposition à 1 cycle par jour à une exposition à 4 cycles par jour.

Les différentes formulations et les propriétés internes du matériau cimentaire durci présentent différentes phénoménologies d'endommagement au gel :

- une gélifraction par couche pour les mortiers. L'épaisseur détériorée et les gélifractions libérés en quelques cycles sont d'un ordre de grandeur millimétrique,
- des éclats de surface sur les coulis sans adjuvant ni ajout, de dimension centimétrique, qui présentent une forme circulaire en surface (vue en plan) et incurvée dans la masse,
- une gélidisjonction à cœur du matériau pour les coulis sans adjuvant ni ajout ; l'évolution aboutit en une dizaine de cycles à la destruction complète de l'échantillon. Les gélifractions libérés par ce processus reprennent les formes du réseau de micro fissuration,
- des éclats de surface pour les coulis contenant des micro-billes plastiques et pour les mortiers de forme circulaire en surface (vue en plan) et incurvés ou coniques dans la masse du matériau,
- des éclats sur mortier circulaires en surface et d'une épaisseur constante dans la masse (ordre de grandeur du millimètre).

L'intensité de ces détériorations suit généralement un pessimum de dégradation en fonction de la concentration de NaCl contenue dans la solution d'exposition (surface ou immersion) et de l'épaisseur de la solution proche de la paroi. Cependant, l'observation de la gélifraction par couche des mortiers présente une intensité de dégradation qui augmente avec la concentration de NaCl contenue dans la solution de surface et qui existe également sur la surface qui n'est pas immergée (plus faible intensité).

Ainsi, l'effet pessimum existe mais n'est pas systématique et, de manière générale, la perte de masse en surface est quasiment nulle lorsqu'il n'y a pas de NaCl dans la solution d'exposition.

Par contre, la présence de NaCl dans la solution interstitielle du matériau cimentaire et en particulier la profondeur du front de pénétration des chlorures ne semblent pas corrélées avec la perte de masse en surface. Cependant, la teneur en NaCl proche de la surface du corps d'épreuve apparaît comme une piste à développer car elle augmente quasi-linéairement avec la perte de masse et ce résultat conforte le mode de solidification de la solution contenant du NaCl à proximité d'une paroi développé dans la section 3.3.1.

Enfin, la détérioration par gel interne et la perte de masse en surface présentent une forte corrélation lorsque la solution d'exposition contient 3% de NaCl. Les mesures combinées ont été réalisées sur prismes partiellement immergés.

La caractérisation de la détérioration par gel interne se fait, dans une première phase de détérioration telle que  $(f/f_0)^2 < 75\%$ , par la mesure de la fréquence de résonance. Cette mesure est très sensible, et ses résultats sont répartis selon une loi de distribution normale et dont la dispersion est très faible (coefficient de variation inférieur à 3%). Durant cette période, les mesures d'allongement relatif, fortement dispersées, ne présentent pas de variation significative et la perte de masse en surface reste inférieure à 500-1000 g/m<sup>2</sup>. On note également que la perte de masse évolue linéairement avec  $(f/f_0)^2$ .

Lorsque ce niveau de dégradation est dépassé,  $(f/f_0)^2 > 75\%$ , et la perte de masse en surface supérieure à 500-1000 g/m<sup>2</sup>, la mesure de la fréquence de résonance n'est plus réalisable et on constate un gonflement significatif du matériau. L'allongement relatif évolue alors linéairement avec la perte de masse en surface.

Ce schéma de détérioration est illustré dans la Figure 3.38. Dans ce schéma de principe, le niveau de dégradation des différents matériaux peut être perçu comme une évolution plus ou moins rapide en fonction du nombre de cycles appliqués.

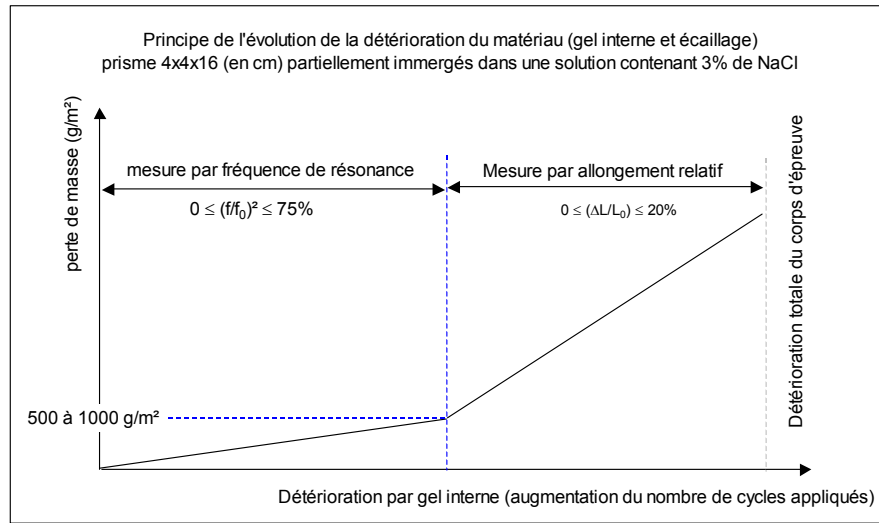


Figure 3.38 Schéma de principe de l'évolution de la détérioration combinée gel interne - écaillage



### 3.3 PROPOSITION DE MECANISMES DE DEGRADATION

#### 3.3.1 MODE DE SOLIDIFICATION DE LA SOLUTION DE SURFACE

La solidification d'une solution contenant 3,0% de NaCl présente de nombreuses analogies avec la formation de glace d'eau de mer (voir section 1.2.3). On note en particulier que la solidification d'une solution contenant 3% de NaCl proche d'un corps d'épreuve en béton s'effectue par la formation d'une première couche de glace à la surface de la solution. Bien que l'échelle d'observation soit différente (épaisseur de la solution, taux de refroidissement et température minimale), on constate l'existence de différents types de premières couches de glace (cf. section 2.3.6.3 : continue lisse, continue granuleuse, et fragmentée).

La formation de cette première couche de glace est suivie d'un front de solidification de la surface libre de la solution vers le corps d'épreuve en béton. Lors de la progression du front de formation de la glace, la fraction liquide restante est confinée entre ce front solide et la surface du matériau cimentaire.

Ce dernier point est conforté par l'observation d'éruptions de phases de liquide au travers de la première couche de glace (cf. Figure 2.62 et Figure 2.63).

Les taux de refroidissement appliqués impliquent un mode stable de rejet de la totalité du NaCl à l'avant d'un front plan de solidification (cf. Figure 1.24). Les observations d'eau de mer présentent le front de solidification de la glace de mer comme colonnaire et emprisonnant 2,0 à 2,5% de sels pour une salinité initiale d'environ 3,5%.

Les études expérimentales sur le drainage (cf. section 1.2.4) indiquent, d'une part qu'il n'y a pas de différence significative entre la solidification d'une eau de mer et d'une solution contenant 3,5% de NaCl et, d'autre part que la hauteur critique de mise en place d'un réseau de drainage nécessite une épaisseur de solution supérieure à 7 cm et un délai de 3 h.

On retiendra donc un mode de solidification de la solution contenant 3,0% de NaCl comme présentant un front colonnaire emprisonnant une quantité d'inclusion dans la glace similaire à celle de l'eau de mer qui est égale à 2,5%. La proportion de sel emprisonné au cours de l'avancement du front de solidification est donc de  $2,5/3,5 = 71,4\%$ . Ce qui revient à prendre en compte 28,6% de sel rejeté dans la fraction liquide confinée entre le front de solidification et la surface du matériau cimentaire.

Pour les températures inférieures au premier point de solidification ( $T_m$ ) du système NaCl-H<sub>2</sub>O, la fraction liquide présente une augmentation de la concentration de NaCl avec l'abaissement de la température. Si on considère que 71,4% du NaCl contenu dans la solution initiale est emprisonné dans la glace formée, les caractéristiques de la fraction liquide restante à -10, -15 et -20°C, déterminées à l'aide de la Figure 1.18, sont reportées dans le tableau de la Figure 3.39.

Ce modèle de formation de la glace pour une solution positionnée contre la paroi d'un matériau cimentaire est schématisé dans la Figure 3.40. La fraction liquide contre la paroi du matériau contient une concentration de NaCl qui atteint dans le cadre de ces hypothèses une proportion de 22,4% en masse à -20°C.

Ce mode de solidification est conforté par l'observation de fortes teneurs de NaCl à proximité de la surface du béton exposée, malgré un faible nombre de cycles d'exposition (14 ou 28 cycles) comme l'indique la Figure 2.57.

Température en °C (faible gradient)	Fraction liquide en masse	Proportion de NaCl rejetée devant le front de solidification	Fraction liquide en sous-couche de la glace formée	Quantité de NaCl en g/l
-5	38%	28,6%	10,9%	7,9
-10	21%		6,0%	13,9
-15	16%		4,6%	18,6
-20	13%		3,8%	22,4

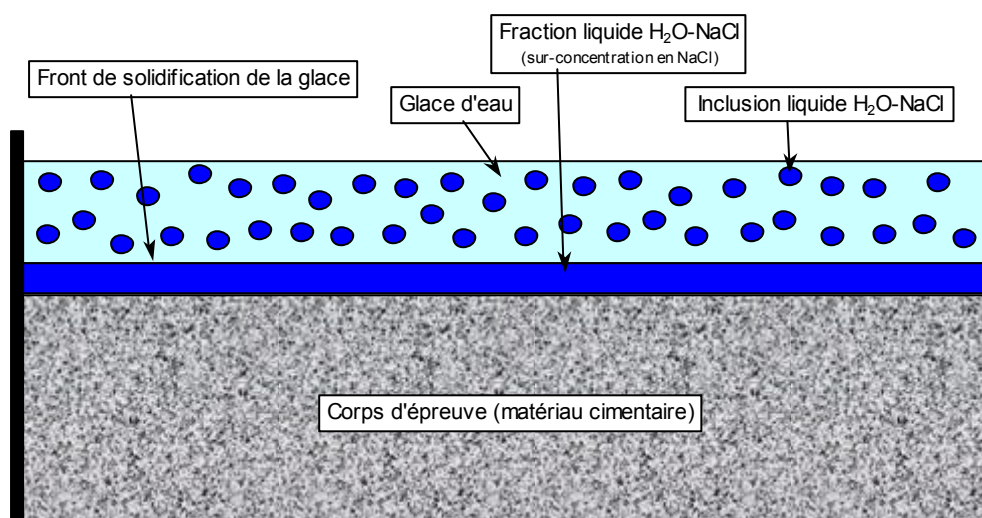
**Figure 3.39 Solidification du système NaCl-H<sub>2</sub>O, estimation de la fraction massique liquide relative à la masse initiale sous la première couche de glace formée**

Pour une température  $T$ , inférieure au premier point de solidification de la glace  $T_m$ , l'épaisseur de la fraction liquide restante est fonction de trois paramètres :

- la concentration de NaCl contenue dans la solution d'exposition (phase liquide pour  $T > T_m$ ),
- le taux de refroidissement,
- l'épaisseur initiale de solution au contact de la paroi.

Cette épaisseur est égale à 0% pour de l'eau déminéralisée. Dans le modèle de formation de la glace adopté, cette épaisseur augmente avec la concentration de NaCl contenue dans la solution et le taux de refroidissement (cf. Figure 1.24). L'influence de ces deux paramètres est regroupée sous une seule hypothèse simplificatrice qui correspond à un rejet de 28,6% des particules au cours de l'avancement du front de solidification de la glace.

Modèle de changement de phase du système H<sub>2</sub>O-NaCl  
à la surface d'un matériau cimentaire



**Figure 3.40 Principe de la solidification de la solution au contact de la paroi d'un corps d'épreuve**

Mais l'augmentation de la proportion de NaCl rejetée ou emprisonnée, avec la concentration initiale de NaCl dans la solution d'exposition, peut prendre différentes formes : évolution linéaire, atteinte rapide d'un palier, etc. Selon les principes de solidification des suspensions colloïdales, la proportion d'inclusions emprisonnées augmente avec le taux de refroidissement, et donc la vitesse de solidification. Cependant, le type d'évolution de cette augmentation n'est pas détaillé pour la solidification d'un système NaCl-H<sub>2</sub>O.

Ces informations sont primordiales pour une mise en relation avec l'effet pessimum, elles devront donc être l'objet d'études ultérieures.

L'épaisseur initiale de solution au contact de la paroi est évaluée (de manière théorique) dans la Figure 3.41 pour une solution initiale contenant 3% de NaCl en masse et un front de solidification dont la géométrie est parfaitement plane (parallèle à la paroi du corps d'épreuve).

Température (°C)	Solution initiale à 3% de NaCl, épaisseur de la fraction liquide restante au contact de la paroi (mm)			
	20,00	10,00	5,00	3,00
T <sub>m</sub> = -1,78	20,00	10,00	5,00	3,00
-5	2,18	1,09	0,54	0,33
-10	1,20	0,60	0,30	0,18
-15	0,92	0,46	0,23	0,14
-20	0,77	0,38	0,19	0,11

**Figure 3.41 Épaisseur de la fraction liquide à une température donnée en fonction de l'épaisseur initiale d'une solution contenant 3% de NaCl**

Dans ce schéma théorique, cette évolution est linéaire et présente des ordres de grandeur qui positionnent l'échelle du modèle du 10<sup>ème</sup> de millimètre à quelques millimètres.

Ce mode de solidification d'un système NaCl-H<sub>2</sub>O présente des conséquences directes sur la solidification de la fraction liquide à forte concentration en NaCl proche de la surface du corps d'épreuve. Les hypothèses sur les caractéristiques du matériau, et en particulier les propriétés de transfert et le degré de saturation initiale, permettent d'envisager différents modes de changement de phases de la fraction liquide contenue dans le matériau. De plus, l'expansion volumique associée à la solidification de l'eau en glace est fonction de la concentration en NaCl dans la fraction liquide (voir section 1.2.2).

De nombreux mécanismes d'endommagement peuvent découler de la combinaison des propriétés micro-structurales et mécaniques du matériau cimentaire, du mode de solidification de la solution saline, et de la physique du changement de phase eau/glace. Deux schémas simples sont proposés ci-dessous. Le premier correspond au mode de dégradation intitulé « gélifraction en surface par couche » observé sur les mortiers partiellement immergés. Le second est en adéquation avec un mécanisme d'éclat de surface.

### 3.3.2 MECANISMES DE DEGRADATION PAR COUCHE

Ce mécanisme repose sur les hypothèses suivantes :

- un mode de solidification de la solution à proximité de la paroi conforme à la section précédente (cf. Figure 3.40),
- des propriétés de transfert présentant une porosité capillaire connectée élevée (cas des mortiers contenant ou non un adjuvant entraîneur d'air).

Lorsque le front de solidification est parfaitement plan à -15°C, pour une épaisseur initiale de solution de 5 mm, il existe une couche liquide de 0,23 mm entre le front de solidification de la solution extérieure et la paroi du matériau cimentaire avec une quantité de NaCl proche de la surface élevée (18,6 g/L). Si ce matériau présente une porosité d'un diamètre suffisant (cf. Figure 1.36) et un degré de saturation élevés, la phase liquide contenue dans le matériau (profil de teneur en NaCl fortement décroissant depuis la surface) gèle de manière graduelle sous la surface, le front de gel provenant du cœur du matériau (zone de plus faible concentration de NaCl dans la solution interstitielle).

Cette situation génère un gonflement différentiel entre la surface et le cœur du matériau. Si la résistance mécanique est faible ou le devient en quelques cycles en raison d'une sensibilité au gel interne, l'effort généré peut dépasser la contrainte admissible dans la partie non gelée proche de la surface.

Ce mécanisme de détérioration n'existe pas lorsqu'il n'y a pas de NaCl dans la solution extérieure. Il est croissant avec la quantité de NaCl contenu dans la solution de surface (pas d'effet pessimum) et ne nécessite pas un nombre de cycles d'initiation et de propagation.

Un schéma de principe de ce mécanisme est illustré dans la Figure 3.42. Il correspond à la phénoménologie de détérioration appelée gélifraction de surface par couche observée sur les mortiers (cf. 3.2.4.3.2).

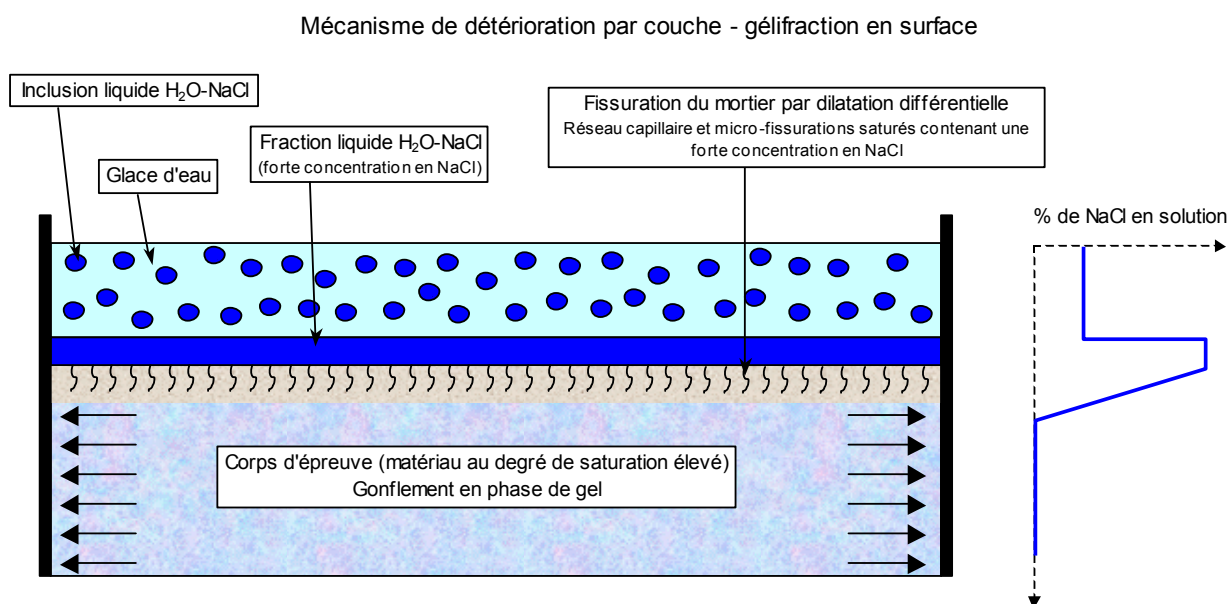


Figure 3.42 Schéma de principe du mécanisme de détérioration par gélifraction par couche en surface

### 3.3.3 MECANISME DE DEGRADATION PAR ECLATS DE SURFACE

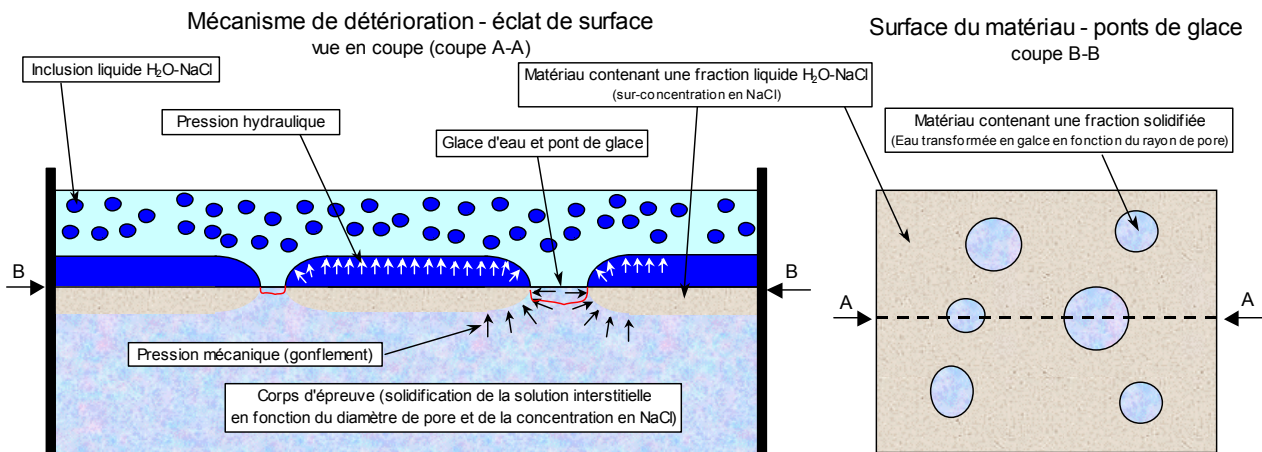
Lorsque le matériau ne présente pas une porosité connectée aussi importante, l'hétérogénéité de la micro-fissuration, d'origine ou liée à l'évolution locale du matériau au cours des cycles de gel-dégel, permet localement la pénétration du NaCl.

Par ailleurs, avec l'abaissement de la température, l'épaisseur de la fraction liquide diminue. Il est alors possible (fonction de la quantité de NaCl déjà accumulée localement par le matériau) que des « ponts » de glace se développent entre le matériau et la glace formée dans la solution de surface. Le mécanisme de dégradation peut alors prendre deux formes mécaniques en fonction du rapport de la surface de la fraction solidifiée et liquide à la surface du matériau.

Lorsqu'un ou plusieurs ponts de glace se développent, la fraction liquide restante est alors emprisonnée entre le front de glace de la solution et celui existant dans le matériau (concentration en NaCl plus faible à cœur du matériau). Ce cas est à étudier plus en détail sur un plan mécanique pour établir quel mécanisme génère le plus d'effort dans le matériau :

- l'expansion locale dans le matériau engendré par la solidification d'un pont de glace isolé,
- la pression induite par le confinement progressif de la fraction liquide dans un îlot de liquide à forte concentration en NaCl.
- la fraction liquide non gelée (contenant une forte concentration locale de NaCl) est proche de la surface, le matériau ne subit pas de dilatation mais il se contracte, contrairement au pont de glace où la solidification de l'eau génère une expansion locale du matériau. Cette dilatation localisée se combine avec la pression hydraulique qui augmente avec l'abaissement de la température due à la solidification progressive de la phase liquide et à l'expansion lors du changement de phase de l'eau. Ce mécanisme peut correspondre à un éclat circulaire en surface et un arrachement sub-surface

L'éclat de surface est généré par traction (arrachement) et présente un faciès de rupture cohérent avec celui observé sur mortier dans la Figure 3.11 ou sur béton avec un soulèvement circulaire dans la Figure 3.31.



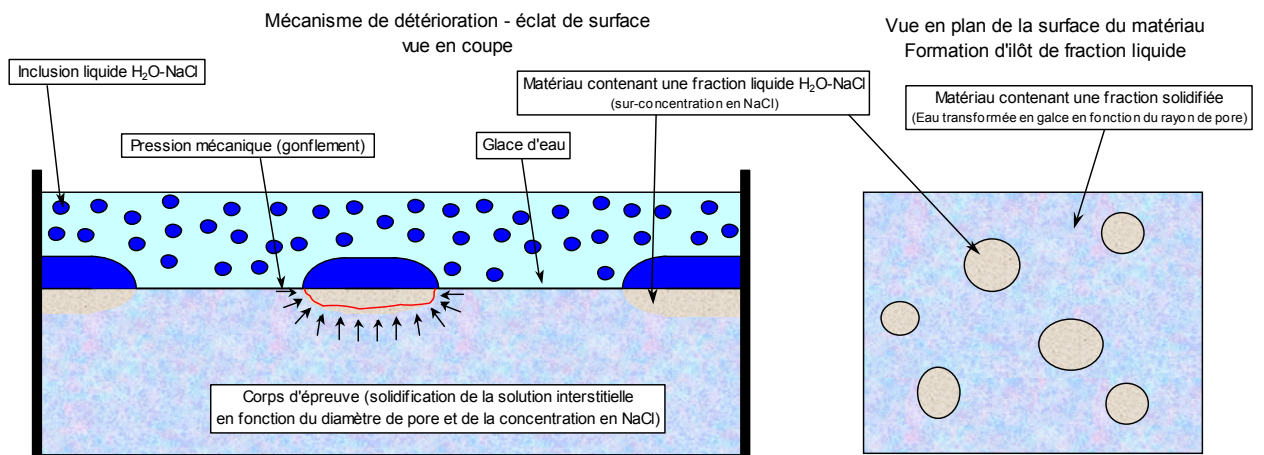
**Figure 3.43 Schéma de principe du mécanisme de formation d'un éclat de surface par l'expansion d'un pont de glace isolé et pression hydraulique concomitante**

Le même schéma de fonctionnement s'applique avec une fraction liquide de surface beaucoup plus réduite à la surface du matériau. Ce cas peut être observé en diminuant le volume de la fraction liquide restante qui est paramétré par :

- la concentration initiale de NaCl dans la solution de surface,
- l'épaisseur de la solution d'exposition contre la paroi du matériau (cf. Figure 3.41),
- le taux de refroidissement (proportion plus élevée d'emprisonnement de NaCl avec la vitesse d'avancement du front de gel, cf. Figure 1.24),
- la température minimale appliquée lors du cycle de gel-dégel.

Le cas d'une surface dont la fraction solidifiée est plus importante que la fraction liquide est illustré dans la Figure 3.44. L'îlot contenant la fraction liquide est une zone qui, bien que soumise à des pressions hydrauliques, est drainée par la présence d'un réseau connecté localement développé (ce réseau favorisant par ailleurs l'augmentation de la concentration en NaCl).

Le matériau est donc localement soumis à une compression (horizontale et verticale) liée au gonflement du matériau au cours des cycles de gel-dégel. Le faciès de rupture dans la masse du corps d'épreuve est donc de forme circulaire à conique en fonction de la combinaison (horizontale et verticale) appliquée au matériau tel qu'observé dans les photographies de la Figure 3.35 à la Figure 3.37 ou encore dans la Figure 3.13.



**Figure 3.44 Schéma de principe du mécanisme de formation d'un éclat de surface par le gonflement du matériau et la compression exercée sur un îlot de fraction liquide non gelée**



# CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

## CONCLUSIONS

Cette étude confirme l'efficacité des deux outils majeurs de la caractérisation opérationnelle de la résistance au gel des bétons avec ou sans sels : la mesure du facteur d'espacement ( $L_{\text{barre}}$ ) et l'essai de résistance à l'écaillage.

Le facteur d'espacement est traditionnellement évalué selon une méthode de comptage par points selon la norme ASTM C457. Cette méthode d'évaluation, nécessitant les compétences spécifiques d'un opérateur manuel expérimenté, est référencée et utilisée depuis plus de 20 ans en France. La norme européenne NF EN 480-11 offre depuis 2006 la possibilité de qualifier le réseau de bulles d'air par analyse d'image. Cette méthode présente toutefois l'inconvénient de ne pas évaluer la proportion de pâte cimentaire, contenue dans le béton durci, qui doit être introduite dans le calcul du  $L_{\text{barre}}$ . On montre lors de cette étude que l'emploi de la proportion de pâte calculée à partir seulement de la formule de fabrication béton est à proscrire.

Un outil complet et autonome d'évaluation du  $L_{\text{barre}}$  par analyse d'image a été mis au point durant ces travaux. Il permet de déterminer la proportion de pâte cimentaire contenue dans un béton, d'identifier le réseau de bulles d'air selon la méthode d'interception des cordes et de finaliser le calcul du  $L_{\text{barre}}$  selon la norme NF EN 480-11.

Cette méthode met en évidence la sensibilité de la segmentation des bulles d'air vis-à-vis de la préparation des corps d'épreuve ainsi que l'influence du choix du niveau de seuillage réalisé par l'opérateur. L'équivalence des résultats obtenus entre la méthode par comptage manuel et la méthode par analyse d'image est vérifiée par une campagne d'essais comparatifs.

Cependant, sa mise en place nécessite un investissement lourd en matériel et en compétence spécifique pour l'utilisation des outils d'analyse d'image. De plus, l'évaluation du  $L_{\text{barre}}$  par analyse d'image n'apporte pas de plus-value sur la comparaison de la valeur obtenue à un seuil préalablement défini. Les méthodes d'analyse d'image peuvent, par contre, être employées pour caractériser finement la distribution des diamètres des bulles d'air ou la répartition locale de bulles dans un échantillon.

En ce qui concerne l'essai normalisé d'écaillage, il est caractérisé par un résultat individuel plutôt dispersé, et distribué selon une loi log-normale. Les outils statistiques courants basés sur l'hypothèse d'une loi normale ne sont donc pas utilisables, comme la qualification de l'incertitude des résultats (répétabilité et reproductibilité). Malgré cette dispersion, cet essai est discriminant pour valider la résistance à l'écaillage d'un béton face à un seuil de résistance établi. Toutefois, le défaut de représentativité de l'échantillon statistique constitué de 4 corps d'épreuve ne permet pas de statuer sur la qualification d'un résultat compris entre 379 et 949 g/m<sup>2</sup> au regard d'un seuil de 600 g/m<sup>2</sup>. Ce constat soulève deux problèmes. D'une part, la recherche d'une formule de béton optimisée vis-à-vis de la résistance à l'écaillage n'est pas possible avec 4 résultats individuels. D'autre part, le défaut de reproductibilité de l'essai réalisé avec 4 corps d'épreuve peut conduire à des conclusions contradictoires pour des essais réalisés au sein d'un même laboratoire ou entre différents laboratoires.

Une nouvelle interprétation de l'essai est proposée dans laquelle le résultat de mesure est le



nombre de cycles nécessaires pour atteindre une perte de masse. Ce résultat, moins dispersé que la perte de masse par unité de surface, est distribué selon une normale. Dans cette interprétation, l'incertitude du résultat est principalement liée au nombre de cycles appliqués. De plus, il paraît plus logique de caractériser la résistance à l'écaillage en terme d'un seuil de masse écaillée (traduisant l'endommagement de la surface) et d'un nombre de cycles (corrélées aux saisons hivernales ou bien aux cycles de températures froides ou tempérées).

La campagne de comparaison combine des paramètres entre les conditions d'exposition (exposition de surface ou immersion, cycles thermiques et concentration de NaCl ou de monoéthylène de glycol dans la solution) et la formulation du matériau cimentaire (coulis sans adjuvant ni ajout, coulis contenant des micro-billes plastiques et mortiers) constitutif du corps d'épreuve. De manière générale, les résultats obtenus confirment la dépendance de l'évolution de la dégradation relative à la modification d'un paramètre aux autres conditions préalablement fixées. De plus, cette étude paramétrique met en relief plusieurs formes de détérioration de surface que l'on doit pouvoir relier à des mécanismes différents (gélifraction de surface par couche, gélidisjonction à cœur, éclats de surface). Les échelles caractéristiques de ces formes de détérioration varient de quelques millimètres à plusieurs centimètres et présentent différentes évolutions en fonction du nombre de cycles appliqués.

L'étude des paramètres d'exposition a permis de mettre en relief les éléments majeurs suivants vis-à-vis de la détérioration par écaillage :

- la limite de la représentativité d'un essai réalisé avec une exposition de surface par rapport à un essai immergé.
- une évolution de la dégradation d'un matériau en fonction du type de cycle de gel-dégel conforme aux informations issues de l'étude bibliographique (cf. Figure 1.49), à l'exception des mortiers dont la perte de masse en surface augmente lorsque l'on passe d'une exposition à 1 cycle par jour à une exposition à 4 cycles par jour.
- l'absence ou une très faible perte de masse en surface lorsque la solution d'exposition est de l'eau déminéralisée.
- la vérification de l'effet pessimum qui est conditionné par un double pilotage : la concentration de NaCl contenu dans la solution et l'épaisseur de la solution à proximité de la paroi. On note toutefois que cet effet n'est pas observé sur les mortiers partiellement immergés.
- l'absence de corrélation entre la perte de masse en surface et la concentration de NaCl contenue dans la solution interstitielle du matériau cimentaire, et en particulier, le front de pénétration des chlorures.

Le changement d'un seul paramètre de la formulation d'un matériau cimentaire entraîne des modifications de propriété qui influent sur le caractère gélif du matériau. Un coulis cimentaire sans adjuvant ni ajout, partiellement immergé, développe une gélidisjonction à cœur du corps d'épreuve en une dizaine de cycles de gel-dégel. Ce coulis sans adjuvant ni ajout présente un mode de détérioration qui n'est pas représentatif d'un matériau cimentaire contenant des inclusions (micro-billes plastiques, sable ou gravier). L'addition de quelques grammes de micro-billes plastiques dans ce coulis le rend fortement résistant au gel. L'addition de sable dans un coulis améliore également, dans une moindre mesure, la résistance au gel. Ainsi, l'apport d'inclusion dans un matériau cimentaire influe fortement sur sa résistance au gel, même quand cette inclusion est insensible au gel.

Contre toute attente, les mortiers contenant un agent entraîneur d'air, partiellement immergés et

soumis à l'exposition de cycles de gel-dégel, sont gélifs malgré un très faible facteur d'espacement ( $58 \mu\text{m}$ ). De plus, la perte de masse en surface est en constante augmentation avec la concentration de NaCl contenue dans la solution. Ainsi, la présence d'un réseau de bulles d'air dans une pâte cimentaire, caractérisé par un  $L_{\text{barre}}$  inférieur à  $200 \mu\text{m}$ , n'est pas l'assurance d'une protection contre le gel interne et l'effet pessimum est généralement observé, mais il n'est pas systématique.

Enfin, la détérioration par gel interne et la perte de masse en surface présentent une forte corrélation pour les prismes partiellement immergés dans une solution contenant 3% de NaCl.

Dans une première période, la détérioration par gel interne est caractérisée par la chute de la fréquence de résonance. La perte de masse en surface évolue quasi-linéairement avec  $(f/f_0)^2$ . A la fin cette phase,  $(f/f_0)^2$  est de l'ordre de 75%, le gonflement n'est pas significatif et la perte de masse est comprise entre 500 et 1000  $\text{g/m}^2$ . Lorsque ce niveau de dégradation est dépassé, la fréquence de résonance n'est plus mesurable, et on constate un gonflement significatif du matériau qui augmente linéairement avec la perte de masse en surface.

Une chute de  $(f/f_0)^2$  de l'ordre de 70-80% traduit un abaissement d'autant du module d'élasticité. Le gonflement du matériau n'est observable que lorsque sa résistance mécanique résiduelle devient très faible. L'allongement relatif est l'outil de mesure qui, historiquement, a permis d'établir le facteur d'espacement critique, le  $L_{\text{crit}}$ . Les valeurs expérimentales obtenues par cette méthode traduisent une forte détérioration du matériau par le gel interne par le suivi de l'évolution d'un paramètre unique qui est le réseau d'air entraîné.

Deux scénarios simples de détérioration de surface sont proposés. Ils reposent sur la prise en compte du mode de solidification d'une solution contenant du NaCl au contact de la paroi du matériau et des propriétés du matériau saturé.

Le premier mécanisme correspond à la gélifraction de surface par couche des mortiers. Ce mode de détérioration ne nécessite pas de période d'initiation et progresse depuis la surface vers le cœur du matériau. Ce mécanisme ne présente pas d'effet pessimum, ce qui correspond aux résultats d'essais.

Le second mécanisme correspond à la formation d'éclats de surface. Il repose sur une hypothèse de formation locale de glace entre la solution et le matériau alors que les autres zones emprisonnent la fraction liquide contenant une forte concentration de NaCl. La dimension des différentes zones engendrant des contraintes mécaniques est fonction de la concentration en NaCl et de l'épaisseur de la solution d'exposition au contact de la paroi, ce qui correspond au double paramétrage de l'effet pessimum.

Les deux scénarios sont applicables à tous les matériaux, mais ce sont les propriétés intrinsèques du matériau (résistance mécanique, porosité et connectivité, degré de saturation, etc.) qui permettent de déterminer si les conditions sont réunies pour que des contraintes apparaissent et dépassent la capacité de résistance du matériau.

## PERSPECTIVES

Les essais normalisés actuellement en vigueur en France constituent des outils opérationnels qui permettent de caractériser la gélivité d'un béton. Cependant, lors de la prise en compte du référentiel technique dans sa globalité, il apparaît nécessaire d'améliorer l'adéquation entre l'évaluation de la sensibilité au gel des granulats, y compris des sables, et celle attendue pour ces mêmes granulats et sables lors de la réalisation d'un essai performantiel de gel interne ou d'écaillage. Des perspectives d'évolution des essais et de leur prise en compte dans un contexte réglementaire global sont proposées pour ces outils.

Pour valider le caractère résistant au gel interne, le facteur d'espacement est un paramètre pertinent lorsque l'on ne recherche pas une optimisation. Mais les seuils appliqués de 200 à 350  $\mu\text{m}$ , sont à re-évaluer avec les essais performantiels de gel interne actuellement applicables et les bétons qui sont actuellement considérés comme traditionnels, mais également les bétons contenant des additions minérales.

L'essai normalisé d'écaillage présente des résultats plutôt dispersés. L'interprétation du résultat au travers d'un nombre de cycles nécessaire à l'obtention d'une masse écaillée donnée permet de réduire cette dispersion et peut-être directement intégrée à la procédure actuelle de réalisation de l'essai. Il semble également nécessaire d'identifier le domaine d'emploi de l'essai face la difficulté de maintien de la solution extérieure pour s'assurer de la pertinence du résultat obtenu.

Les essais performantiels de gel interne et d'écaillage exposent les corps d'épreuve à des cycles de gel-dégel très différents. Une amélioration de la connaissance de l'influence de certains paramètres du cycle peut permettre de définir un essai modéré d'écaillage et d'établir essai performantiel combiné gel-écaillage en condition immergé.

Il est délicat de comparer une résistance *in situ* à une résistance obtenue lors d'un essai laboratoire. Les essais en laboratoire présentent une forte sensibilité à la variation des paramètres d'exposition, et lors d'une exposition *in situ*, il est difficile de recueillir avec précision l'ensemble des conditions d'exposition appliquées au corps d'épreuve. De plus, l'essai laboratoire devra intégrer les périodes de séchages correspondantes. En effet, une seule phase de séchage génère une forte modification de porosité capillaire du matériau (cf. Figure 1.47). Cette intégration pourrait permettre de représenter l'enchaînement saisonnier et la répétition de cet enchaînement à la durée de vie souhaitée de l'ouvrage. Cette approche permettrait une qualification de la performance d'un matériau face des conditions d'exposition.

En ce qui concerne les résultats obtenus sur la phénoménologie de la dégradation, trois pistes sont à approfondir. Le choix des matériaux testés a permis de mettre en évidence des modes dégradations bien distincts, le domaine de validité de ces modes de détérioration doit être défini en fonction des propriétés intrinsèques de ces matériaux. L'influence de l'épaisseur de la solution en contact avec le matériau sur l'effet pessimum doit être précisé par un essai spécifique. Enfin, les hypothèses formulées sur la solidification d'une solution NaCl-H<sub>2</sub>O à proximité d'une paroi sont à confirmer.

Les deux scénarios simples de détériorations proposés sont à modéliser avec un logiciel adapté (de type Cesar LCPC, module expert gel) en formulant des hypothèses sur l'évolution du matériau au cours des cycles. Cette démarche devrait permettre d'identifier les propriétés intrinsèques du matériau influençant la gélivité du matériau et d'établir une correspondance entre un ensemble de propriétés d'un matériau cimentaire et son caractère gélif. L'objectif étant de pouvoir prédire la sensibilité au gel de tout type de béton y compris les bétons spéciaux et ceux formulés à partir de CEM II et de CEM III, en fonction des propriétés intrinsèques de ces bétons.

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [AFGC-Durabilité,2004] V. Baroghel-Bouny et al., Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages, Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction, Etat de l'art et guide pour la mise en oeuvre d'une approche performante et prédictive sur la base d'indicateurs de durabilité, 2004. <http://www.afgc.asso.fr/images/stories/pub/Indicateurs-durabilite.pdf>
- [AFPC-AFREM, 1997] Durabilité des bétons, Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité, Compte-rendu des journées techniques AFPC-AFREM, 11 et 12 décembre 1997, Toulouse, 1997.
- [Bager, 2010] D.H. Bager. Qualitative Description of the Micro-ice Body Freeze-thaw Damage Mechanism in Concrete. Freeze-thaw Testing Of Concrete – Input To Revision of CEN Test Methods, Workshop proceeding From a Nordic Mini-seminar, 4-5 march 2010, Vedbaek Denmark, pp.1-28, 2010.
- [Baroghel Bouny & al., 2002] V. Baroghel-Bouny , S. Arnaud, D. Henry, M. Carcassès, D. Quénard. Vieillessement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI<sup>e</sup> siècle. III - Propriétés de durabilité des bétons mesurées sur éprouvettes conservées en laboratoire, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, n°241, pp.13-59, 2002.
- [Baroghel Bouny, 2004] V. Baroghel Bouny. Les spécificités des bétons à hautes performances - Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité évaluées en conditions de laboratoire ou en conditions naturelles, Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Série Ouvrages d'art, OA 44, 2004.
- [Baroghel Bouny & al., 2004] V. Baroghel Bouny , J. Gawsewitch, P. Belin, K. Ounoughi, S. Arnaud, G. Olivier, B. Bissonnette. Vieillessement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI<sup>e</sup> siècle. IV - Résultats issus des prélèvements effectués sur les corps d'épreuve de différents sites aux premières échéances de mesure, Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, n° 249, pp.49-100, 2004.
- [Beaudoin & MacInnis, 1974] J.J. Beaudoin and C. MacInnis. The mechanisms of frost damage in hardened cement paste, Cement and Concrete Research, Vol.4, n°2, pp.139-147, 1974.
- [Bodnar & Vityk, 1994] R. J Bodnar and M. O. Vityk. Interpretation of microthermometric data for H<sub>2</sub>O-NaCl fluids inclusions, Fluid Inclusions in Minerals, Methods and Applications, B. De Vivo and M.L. Frezzotti Ed., pub. by Virginia Tech, Blacksburg, VA, pp.117-130, 1994.
- [Boos & Giergiczny, 2010] P. Boos, Z. Giergiczny. Testing the frost resistance of concrete with different cement types – Experience from laboratory and practice, The Silesian University of Technology, Architecture Civil engineering Environment, Vol.2, pp.41-52, 2010.
- [Borganakke & al., 2012] C. Borganakke, W. Hansen, Y. Kang, Z. Liu and E.A.B. Koenders. Cryogenic Suction Pump Mechanism for Combined Salt and Frost Exposure, Second International Conference on Microstructural-related Durability of Cementitious Composites, 11-13 April 2012, Amsterdam, The Netherlands, 2012.
- [Bourdette & al., 1995] B. Bourdette, E. Ringot, J.P. Ollivier. Modelling of the Transition Zone Porosity, Cement and Concrete Research, vol.25, pp.741-751, 1995.
- [Bourrenane & al., 1993] E. Bourrenane, P. Gouton, F. Truchetet, M. Paindavoine. Généralisation du filtre de Canny-Deriche pour la détection des contours de forme quelconques, GRETSI, 14<sup>ème</sup> Colloque sur le traitement du signal et des images, France, pp.710-713, 1993.
- [CETE de Lyon, 2008] G. Orcelet et M. Dierkens. Essais d'écaillage interlaboratoire 2007, Rapport technique du CETE de Lyon, 2008.
- [CETE de Lyon, 2010] N. Moral et S. Bouteille. Essais d'écaillage interlaboratoire 2009. Rapport technique du CETE de Lyon, 2010.
- [Chanvillard, 1999] G. Chanvillard. Matériau béton. Connaissances Générales. Les Cours de l'ENTPE. Ed. Aléas, 1999.
- [Coussy, 2010] O. Coussy. Mechanics and Physics of Porous Solids, Wiley, 2010.
- [Cox & Weeks, 1988] G.F.N. Cox and W.F. Weeks. Profile properties of undeformed first-year sea ice, CRREL Report 88-13, 1988.
- [Damido, 2008] D. Damido. Advanced physico-chemistry of construction materials « A tribute to Henri Le Chatelier », Cours master M2 SMCD/ENPC, 2008.
- [Defay & al., 1966] R. Defay, I. Prigogine, A. Bellemans, D.H. Everett. Surface Tension and Absorption, Longmans Ed., London, pp.243-255, 1966.
- [Deville & al., 2007] S. Deville, E. Saiz, A. P. Tomisa. Ice-template porous alumina structure, Acta Materialia, vol.55, pp.1965-1974, 2007. (doi:10.1016/j.actamat.2006.11.003)
- [Deville, 2008] S. Deville. Freeze-casting of porous ceramics : a review of current achievements and issues, Advanced Engineering Materials, vol.10, n°3, 2008.
- [Deville, 2009] S. Deville. Metastable and unstable cellular solidification of colloidal suspension, Nature Materials,

- vol.8, pp.966-972, 2009. (<http://dx.doi.org/10.1038/nmat2571>)
- [DGAC, 2007] DGAC, Service Technique de l'Aviation Civile. Enquête dégivrage déverglaçage. Eau et aéroports : prise en compte des opérations de viabilité hivernale dans la gestion aéroportuaire. Rapport statistique 2003-2006, 2007.
- [Dipayan & al., 2007] J. Dipayan. A Round Robin Teston Measurements of Air Void Parameters in Hardened Concrete by Various Automated Image Analyses and ASTM C457 Methods, Proceedings of the twenty-ninth conference on cement microscopy, Quebec city, PQ, Canada may 20-24, pp.34-69, 2007.
- [Doehne, 2002] E. Doehne. Salt Weathering: A Selective Review. Geological Society Special Publication, Natural Stone, Weathering Phenomena, Conservation Strategies and Case Studies, Vol.205, pp.51-64, 2002.
- [Doucet, 1942] Y. Doucet. L'évolution de la cryoscopie, Le Journal de Physique et le Radium, série VIII, Tome III, n°10, 1942. (<http://dx.doi.org/10.1051/jphysrad:01942003010017700>)
- [Durabilité des bétons, 2008] J.P. Ollivier, A. Vichot and al.. La durabilité des bétons, Bases et techniques pour la formulation de bétons durables dans leur environnement, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2008.
- [Duval & al., 1983] P. Duval, M.F. Ashby, and I. Andermann. Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice. Journal of Physics and Chemistry, vol.87, n°21, pp.4066-4074, 1983.
- [Eide & Martin, 1975] L.I. Eide and S. Martin. Formation of Brine Drainage Features in Young Sea Ice, Journal of Glaciology, vol.14, n°70. pp137-154, 1975.
- [Elsen, 2001] J. Elsen. Automated air void analysis on hardened concrete, Results of a european intercomparison testing program. Cement and Concrete Research. vol.31, pp.1027-1031, 2001.
- [Fagerlund, 1975] G. Fagerlund. Studies of the destruction mechanisms at freezing of porous materials, Proceedings of the 6th International Congress on the Problems Raised by Frost Action, Fondation française d'études nordiques, France, pp.166-196, 1975.
- [Fagerlund, 1977] G. Fagerlund. The critical degree of saturation method of assessing the freeze/thaw resistance of concrete, Tentative recommandation, Prepared on behalf of RILEM committee 4 CDC, Matériaux et constructions. vol.10, n°58, pp.217-229, 1977.
- [Fagerlund, 1977] G. Fagerlund. The international cooperative test of the critical degree of saturation method assessing the freeze/thaw resistance of concrete. Matériaux et Constructions. vol.10, n°58, pp.231-253, 1977.
- [Fagerlund, 1993] G. Fagerlund. Frost resistance of high performance concrete, Some theoretical considerations, Report TVBM-3056, Lund University, Lund Institute of Technology, 1993.
- [Fagerlund, 1994] G. Fagerlund. Influence of Environmental Factors on the Frost Resistance of Concrete, Report TVBM-3059, Lund University, Lund Institute of Technology, 1994.
- [Fagerlund, 1995] G. Fagerlund. Freeze-thaw resistance of concrete, Destruction mechanisms, Concrete technology, Test methods, Quality control, Report TVBM-3060. Lund University, Lund Institute of Technology, 1995.
- [Farran, 1956] J. Farran. Contribution minéralogique à l'étude de l'adhérence entre les constituants hydratés des ciments et les matériaux enrobés, Revue des Matériaux de Construction, vol.490, n°91, pp.155- 172, 1956.
- [Feldman & Sereda, 1970] R.F. Feldman, P.J. Sereda. A new model for hydrated Portland cement and its practical implications, Engineering Journal, pp.53-59, 1970.
- [Fen-Chong, 2008] T. Fen-Chong. Durabilité sous percolation et/ou cristallisation confinée en milieu poreux, Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches, Unité de Recherche Navier, LCPC-ENPC, 2008.
- [Germain & Pierre, 2007] O. Germain et Ch. Pierre. Etude et comparaison des méthodes d'essais de résistance des bétons aux cycles de gel-dégel. Actes des 8ème journées Scientifiques du Regroupement Francophone pour la Recherche et la Formation sur le Béton, pp.69-77, Montréal Canada 5-6 juillet, 2007.
- [Glen & Perutz, 1954] J.W. Glen, and M.F. Perutz. The growth and deformation of ice crystals. Journal of Glaciology, vol.2, n°16, pp.397-403/395-396, 1954.
- [Hammer & Sellevold, 1990] T.A. Hammer and E.J. Sellevold. Frost resistance of high strength concrete, W.T. Hester Edition, ACI special publication SP1521, ACI Detroit, pp.457-487, 1990.
- [Hanson, 2012] T.D. Hanson. Evaluation of the RapidAir 457 Air Void Analyzer. Iowa Departement of Transportation, Final Report For MLR-12-01, 2012.
- [Hornain, 2007] H. Hornain and al. GranDuBé - Grandeurs Associées à la Durabilité des Bétons. Association Française de Génie Civil - Réseau Génie Civil & Urbain, Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, 2007.
- [I-Stone, 2006] I-STONE. Re-engineering of natural stone production chain through knowledge based processes, eco-innovation and new organisational paradigms, Instrument: Integrated Project Thematic Priority: 3. D5.6. Key literature list on Durability, 2006.
- [Jacobsen, 1995] S. Jacobsen. Scaling and cracking in unseal freeze/thaw testing of Portland cement and silica fume concrete, Thesis report, 101 Norwegian Inst. Tech. Trondheim, 1995.

- [Jakobsen & al., 2006] U.H. Jakobsen, C. Pade, N. Thaulow, D. Brown, S. Sahu, O. Magnusson, S. De Buck, and G. De Schutter, Automated air void analysis of hardened concrete a Round Robin study, *Cement and Concrete Research*, vol.36, pp.1444-1452, 2006.
- [Jensen & al., 2000] O.M. Jensen, P.F. Hansen. Water-Entrained Cement-Based Materials Part.I. Principle and Theoretical Background, *Cement and Concrete Research*, vol.31, n°4, pp.647-654, 2000.
- [Korhonen, 2002] C. Korhonen. Effect of High Dose of Chemical Admixtures on the Freeze-Thaw Durability of Portland Cement Concrete, ERDC/CRREL TR-02-5, 2002.
- [Kovacs, 1996] A. Kovacs. Sea Ice, Part I, Bulk Salinity Versus Ice Floe Thickness, CRREL Report 96-7, 1996.
- [Letavernier & Ozouf, 1987] G. Letavernier, J.C. Ozouf. La gélifraction des roches et des parois calcaires, *Bulletin de l'Association française pour l'étude du quaternaire*, vol.24, n°3, pp.139-145, 1987.
- [Lindmark, 1998] S. Lindmark. Mechanism of Salt Frost Scaling of Portland Cement-bound Materials: Studies and Hypothesis, Lund University, Lund Institute of Technology, Doctoral thesis, Report TVBM1017, 1998.
- [Litvan, 1973] G.G. Litvan. Frost action in cement in presence of de-icers, *Cement and Concrete Research*, vol.6, n°3, pp.351-356, 1973.
- [Mallet & al., 2007] C. Mallet, J. Senaillet, et M. Dierkens. Mise au point d'un dispositif de caractérisation par analyse d'image du réseau de bulles d'air entraîné dans du béton, Opération de Recherche 11P066-Physico-chimie des milieux poreux, Rapport interne IFSTTAR, 2007.
- [Marchand, 1993] J. Marchand. Contribution à l'étude de la détérioration par écaillage du béton en présence de sels fondants, Rapport de thèse ENPC, 1993.
- [Marchand & al., 1994] J. Marchand, E.J. Sellevold and M. Pigeon. The deicer salt scaling deterioration of concrete – an overview. Troisième conférence Internationale CANMET/ACI sur la durabilité du béton, Nice, France, 22-28 mai, 1994.
- [Marchand & al., 1995] J. Marchand, R. Pleau, and R. Gagné. Deterioration of concrete due to freezing and thawing, *Material Science of Concrete*, vol.IV, American Ceramic Society, pp.283-354, 1995.
- [Maso, 1980] J.C. Maso. The bond between aggregates and hydrated cement pastes, *Proceedings of the 7th international Cement Congress*, pp. 3 –15, 1980.
- [Metha & Monteiro, 1986] P.K. Metha and P.J.M. Monteiro. *Concrete: Structure, properties and materials*, Prentice-Hall, 1986.
- [Méthodes d'essai n°58, 2002] Méthodes d'essais n°58, Caractéristiques micro-structurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons, Techniques et méthodes des laboratoires des Ponts et Chaussées, Méthodes de mesures de laboratoires, 2002.
- [Mironenko & al., 2001] M.V. Mironenko, G.E. Boitnottm S.A. Grant and R.S. Sletten. Experimental determination of the volumetric properties of NaCl solutions to 253 K. *Journal of Physical Chemistry, B*, vol.105, n°14, pp9909–9912, 2001.
- [Møen & al., 2007] E. Møen, S. Jacobsen, H. Myhra. Ice abrasion data on concrete structures - An overview - State of the art, SINTEF report SBF BK A07036, 2007.
- [Munch & al., 2009] E. Munch, E Saiz, A.P. Tomsia and S. Deville. Architectural Control of Freeze-Cast Ceramics Through Additives and Templating. *Journal of American Ceramic Society*, vol.92, n°7, pp.1534–1539, 2009.
- [Nikhil & al., 1993] R.P. Nikhil, and K.P. Sanker. A Review on Image Segmentation Techniques, *Pattern Recognition* vol.26, n°9, pp.1277-1294, 1993.
- [Okada & al., 1981] E. Okada, M. Hisaka, Y. Kazama, and K. Hattori. Freeze–thaw resistance of superplasticized concretes. Development in the use of superplasticizers, *ACI SP-68*, p. 215–231, 1981.
- [Peterson & al., 2001] K.W. Peterson, R.A. Swartz, L.L. Sutter, and T.J. Van Dam. Hardened Concrete Air Void Analysis with a Flatbed Scanner. *Transportation Research Record*, 1175, Transportation Research Board, Washington, D.C., pp.36–43, 2001.
- [Peterson & al., 2012] K.W Peterson, L.L. Sutter, and M. Radlinski. The Practical Application of a Flatbed Scanner for AirVoid Characterization of Hardened Concrete, *Journal of ASTM Intl.*, vol.6, n°9, 2012. doi:10.1520/JAI102446.
- [Peterson & Lundgren, 1997] P.E. Peterson and M. Lundgren. Influence of the minimum temperature on the scaling resistance of concrete, *Frost Resistance of Concrete*, Proceedings, International RILEM Workshop, London, 1997.
- [Petrenko, 1993] V.F. Petrenko. Structure of Ordinary Ice Ih. Part I: Ideal Structure of Ice, CRREL Special report 93-25, 1993.
- [Petrenko & Whitworth, 1994] V.F. Petrenko and R.W. Whitworth. Structure of Ordinary Ice Ih. Part II: Defects in Ice, Volume 2: Dislocations and plane Defects, CRREL Special report 94-12, 1994.
- [Petrenko, 1999] V. F. Petrenko and R. W. Whitworth. *Physics of Ice*, Oxford University Press, 1999.
- [Pigeon & Regourd, 1986] M. Pigeon and M. Regourd. The effects of freeze-thaw cycles on the microstructures of hydration product, *Durability of Building Materials*, vol.4, pp1-19, 1986.
- [Pigeon, 1989] M. Pigeon. La durabilité au gel du béton. *Materials and Structures/Matériaux et Construction*, vol.22,

- pp3-14, 1989.
- [Pigeon & al., 1996] M. Pigeon, J. Marchand and R. Pleau. Frost resistant concrete, *Construction and Building Materials*, vol.10, n 5, pp.339-348, 1996.
- [Piltner & Monteiro, 2000] R. Piltner, P.J.M. Monteiro. Stress analysis of expansive reactions in concrete, *Cement and Concrete Research*, vol.30, pp.843-848, 2000.
- [Pleau, 1986] R. Pleau. Influence de quelques paramètres sur la durabilité du béton exposé à des cycles de gel-dégel, Thèse présentée à l'école des gradués de l'Université de Laval pour l'obtention du grade de Maître es sciences, 1986.
- [Pleau & al., 2001] R. Pleau, M. Pigeon, J.L. Laurencot. Some Findings on the Usefulness of Image Analysis for Determining the Characteristics of the Air Void System on Hardened Concrete, *Cement & Concrete Composites*, vol.23, pp.237-246, 2001.
- [Powers & Brownyard, 1948] T.C. Powers, T.L. Brownyard. Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste, *Journal of American Concrete Institute*, vol.18, n° 2 to 8, 1948.
- [Powers, 1949] T.C. Powers. The air requirement of frost-resistant concrete, *Highway Research Board*, vol.29, pp.184-211, 1949.
- [Powers & Helmuth, 1953] T.C. Powers and R.A. Helmuth. Theory of volume changes in hardened Portland-cement paste during freezing. *Proceedings of the Highway Research Board*, vol.32, pp285-297, 1953.
- [Powers, 1959] T.C. Powers. Capillary continuity or discontinuity in cement pastes. *Journal of the PCA Research and Development Laboratories*, vol.1, n°2, pp.38-48, 1959.
- [Prost et Orcel, 2003] J. Prost et G. Orcel. Durabilité du béton armé et de ses constituants : maîtrise et approche performantielle, Comportement du béton durci en environnement froid, Opération de recherche n°11B021, Sujet 5-2- Etude expérimentale des paramètres influençant l'écaillage des surfaces, Rapport du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 2003.
- [Ramachandran & al., 1981] V.S. Ramachandran, R.F. Feldman, J.J. Beaudoin. *Concrete Science, Treatise on current research*. Heyden and Son Ltd, London, 1981.
- [Ramezani pour & Hooton, 2012] A.M. Ramezani pour, and R.D. Hooton. Evaluation of Two Automated Methods for Air Void Analysis of Hardened Concrete, *Journal of ASTM Intl.*, vol.7, n°2, 2012. doi:10.1520/JAI102476.
- [Recommandations durabilité, 2010] Maîtrise de la durabilité des ouvrages d'art en béton, application de l'approche performantielle, recommandations provisoires, Techniques et méthodes des Laboratoires des Ponts et Chaussées, 2010.
- [Recommandations gel, 2003] Recommandations pour la durabilité des bétons durcis soumis au gel, Techniques et méthodes des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Guide technique, 2003.
- [RILEM Draft recommandations, 1995] Draft recommendations for test methods for the freeze-thaw resistance of concrete, Slab test and cube test, I17-FDC freeze-thaw and deicing resistance of concrete, *Materials and Structures*, vol.28, pp.366-371, 1995.
- [Robinson & al., 2006] C. Robinson, C. S. Boxe, M. I. Guzman, A. J. Colussi, and M. R. Hoffmann. Acidity of frozen electrolyte solutions, *The Journal of Physical Chemistry B Letters*. vol.110, pp.7613-7616, 2006.
- [Rønning, 1999] T.F. Rønning. Moisture absorption during freeze-thaw and relation to deterioration, Frost resistance of building materials, *Proceedings of the 3rd Nordic Research Seminar in Lund*, Report TVBM-3087. pp.113-118, 1999.
- [Saeki, 2010] H. Saeki. Mechanical Properties Between Ice and Various Materials Used in Hydraulic Structures: The Jin S. Chung Award Lecture, *International Journal of Offshore and Polar Engineering*, vol.21, n°2, pp.81-90, 2010.
- [Salzmann & al., 2009] C.G. Salzmann, P.G. Radaelli, E. Mayer and L.F. Finney. Ice XV: a new thermodynamically stable phase of ice, *Physical Review Letter*, 103:105701, 2009.
- [Schulson, 1998] E. M. Schulson. Ice Damage to Concrete. CRREL. Special report 98-6, 1998.
- [Schwarz & Weeks, 1977] J. Schwarz and W. F. Weeks. Engineering properties of sea ice. *Journal of Glaciology*, vol.19, n°8, pp499-531, 1977.
- [Scrivener & Pratt, 1994] K. Scrivener, P.L. Pratt. RILEM TC 108 State of the Art Report, New York, 1994.
- [Scrivener & Nemat, 1996] K.L. Scrivener, K.M. Nemat. The percolation of pore space in the cement paste/aggregate interfacial transition zone of concrete, *Cement Concrete Research*, vol.26, n°1, pp.35-40, 1996.
- [Sellevold & Farstad, 1991] E.J. Sellevold and T. Farstad. Frost/salt testing of concrete: effect of test parameter and concrete moisture history, *Nordic Concrete Research*, vol.10, pp.121-138, 1991.
- [Setra, 2011] Setra. L'impact des fondants routiers sur l'environnement. Etat des connaissances et pistes d'actions, Note d'information du Setra, Série Economie Environnement Conception, n°94, 2011.
- [Setzer & Hartmann, 1991] M.J. Setzer and V. Hartmann. Improved frost/deicing salt resistance testing, *Concrete Precast Plant Technology*, vol.57, n°9, pp.73-82, 1991.
- [Setzer & Auberg, 1994] M.J. Setzer, R. Auberg. Testing of Freeze Thaw and Deicing Salt Resistance, CBP Second

- International Workshop, Oslo-Norway, pp76-88, 1994.
- [Setzer & al., 1996] M. J. Setzer, G. Fagerlund and D. J. Janssen. CDF Test - Test method for the freeze-thaw resistance of concrete- tests with sodium chloride solution (CDF), *Materials and Structures/Matériaux et Constructions*, vol.29, pp.523-528, 1996.
- [Sierra, 1980] R. Sierra. Répartition des différentes formes d'eau dans la structure des pâtes pures des C3S et de ciment Portland, 7th International Congress on the Chemistry of Cement, Paris, vol.3, 1980.
- [Snyder, 1998] K.A. Snyder. A Numerical Test Of Air Void Spacing Equations. *Advanced Cement Based Materials*. Vol.8, pp.28-44, 1998.
- [Studer, 1993] W. Studer. Internal comparative test on frost deicing salt resistance, International Workshop on the resistance of concrete to scaling due to freezing in presence of deicing salts, Centre de recherche universitaire sur le béton, Université de Laval, Quebec, pp.175-187, 1993.
- [Teixeira, 2001] J. Teixeira. L'étrange comportement de l'eau ultra-froide, *Pour la Science*, 285:84-91, 2001.
- [True & al., 2010] G. True, D. Searle, L. Sear and J. Khatib. Voidage assessment of concrete using digital image processing, *Magazine of Concrete Research*, vol.62, n°12, pp.857-868, 2010.
- [Utgenannt & Petersson, 1997] P. Utgenannt, P.E. Petersson. Influence of preconditioning on scaling resistance for different types of test surfaces, *Proceeding of the International RILEM workshop on Resistance of Concrete to Freezing and Thawing With or Without De-Icing Chemicals*, RILEM 34, Essen, Germany. Ed. M.J. Setzer, R. Auberg R. Frost resistance of concrete. E&FN Spon, London, pp 184-193, 1997.
- [Utgenannt, 2004] P. Utgenannt, The influence of ageing on the salt-frost resistance of concrete, Doctoral thesis, Report TVBN-1021, Lund Institute of Technology, 2004.
- [Valenza & Scherer, 2007-1] J. J. Valenza & G. W. Scherer. A Review of Salt Scaling : I. Phenomenology, *Cement and Concrete Research*, vol.37. pp.1007-1021, 2007.
- [Valenza & Scherer, 2007-2] J. J. Valenza & G. W. Scherer. A Review of Salt Scaling : II. Mechanisms, *Cement and Concrete Research*, vol.37, pp1022-1034, 2007.
- [Verberck & Klieger, 1957] G.J. Verberck, P. Klieger. Studies of salt scaling of concrete. *Highway Research Board Bulletin*, vol.150, pp.1-13, 1957.
- [Vuorinen, 1973] J. Vuorinen. On determination of effective degree of saturation of concrete. *Concrete and Soil Laboratory*, Imatran Voima OY, Manuscript, Oulo, Finland, 1973.
- [Weissenberger & al., 1992] J. Weissenberger, G. Dieckmann, R. Gradinger, M. Spindler. Sea ice: a cast technique to examine and analyze brine pockets and channel structure, *The American Society of Limnology and Oceanography*. Vol.37. n°1. pp.179-183, 1992.
- [Wessman, 1997] L. Wessman. Studies on the frost resistance of natural stone. Lund University, Lund Institute of Technology, Doctoral thesis, Report TVBM-3077, 1997.
- [Wettlaufer & al., 1997] J.S. Wettlaufer, M.G. Worster and H.E. Huppert. The Phase Evolution of Young Sea Ice. *Geophysical Research Letters*, vol.24, n°10, pp1251-1254, 1997.
- [Whiting & Stark, 1983] D. Whiting, and D. Stark. Control of air content in concrete, National Cooperative Highway Research Program, Report 258, Transportation Research Board, Washington D.C., 1983.
- [Worby, 1999] A.P. Worby. Observing Antarctic sea ice, A practical guide for conducting sea ice observations from vessels in the Antarctic pack ice, A CD-ROM produced for the Antarctic Sea Ice Processes and Climate (ASPeCt) programme of the Scientific Committee for Antarctic Research (SCAR) Global Change and the Antarctic (GLOCHANT) programme, Hobart Australia. 1999.
- [Zalocha & al., 2005] D. Zalocha, J. Kasperkiewicz. Estimation of the Structure of Air Entrained Concrete Using a Flatbed Scanner, *Cement and Concrete Research*, vol.35, n°10, pp.2041-2046, 2005.
- [Zeng, 2012] Q. Zeng. Poromechanical behavior of cement-based materials subjected to freeze-thaw actions with salts : modeling and experiments, rapport de thèse de l'Université Paris Est, 2003.

#### Références internet

[The international Antarctic Weather Forecasting Handbook](http://www.antarctica.ac.uk/met/momu/International_Antarctic_Weather_Forecasting_Handbook/index),

[http://www.antarctica.ac.uk/met/momu/International\\_Antarctic\\_Weather\\_Forecasting\\_Handbook/index](http://www.antarctica.ac.uk/met/momu/International_Antarctic_Weather_Forecasting_Handbook/index).

[National Snow and Ice Data Center de la NASA](http://nsidc.org/),

<http://nsidc.org/>

[Institut Météorologique du Danemark](http://www.dmi.dk/dmi/en/nomenclature_pdf_engelsk-2.pdf).

[http://www.dmi.dk/dmi/en/nomenclature\\_pdf\\_engelsk-2.pdf](http://www.dmi.dk/dmi/en/nomenclature_pdf_engelsk-2.pdf)



Publications du professeur [Worster M.G](#)

<http://www.itg.cam.ac.uk/people/graef/publications.html>

[Le cours en ligne de R. Gagné à l'université de Sherbrooke](#)

<http://www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci714/>

# LISTE DES FIGURES

## ❖ LISTE DES FIGURES DES CHAPITRES 1,2 ET 3

Figure 1.1 Différentes échelles caractéristiques d'analyse du béton [Damido, 2008] .....	19
Figure 1.2 Principaux composants d'un clinker de ciment de Portland .....	20
Figure 1.3 Échelle de la taille des pores dans la pâte de ciment hydraté [Metha & Monteiro, 1986] .....	22
Figure 1.4 Influence du rapport E/C et du degré d'hydratation sur la continuité des pores capillaires, d'après [Powers, 1959] repris par [Durabilité des bétons, 2008] .....	22
Figure 1.5 Représentation schématique de l'auréole de transition [Chanvillard, 1999] .....	23
Figure 1.6 Structure poreuse d'une pâte de ciment de type CEM I et d'une pâte d'un mortier confectionné avec le même ciment (E/C=0,4 ; 3 mois) [Bourdette & al., 1995] .....	23
Figure 1.7 Porosité à peau et à cœur du béton [Baroghel Bouny, 2004] .....	24
Figure 1.8 Béton B1 – Différence des volumes poreux à cœur et en surface sur une éprouvette vibrée dans le cadre des essais d'écaillage .....	25
Figure 1.9 Évolution des volumes des produits en cours d'hydratation (sans apport d'eau extérieure) d'après [Jensen & al., 2000], repris dans [Durabilité des bétons, 2008] .....	25
Figure 1.10 Modèle de [Feldman & Sereda, 1970] modifié par [Sierra, 1980] .....	26
Figure 1.11 Diagramme des phases de l'eau [Salzmann & al., 2009] .....	27
Figure 1.12 Métastabilités de l'eau [Teixeira, 2001] .....	27
Figure 1.13 Structure cristalline hexagonale de la glace 1h d'après [Petrenko, 1999] .....	28
Figure 1.14 Six orientations possibles pour la molécule d'eau dans la structure cristalline 1h [Petrenko, 1993] .....	28
Figure 1.15 Glissement d'une dislocation mixte BC, composée d'une partie vis (B), et d'une partie coin (C) d'après [Petrenko & Whitworth, 1994] .....	28
Figure 1.16 Diagramme binaire du système NaCl-H <sub>2</sub> O d'après [Bodnar et Vityk, 1994] .....	30
Figure 1.17 Gamme des températures de solidification des mélanges NaCl- H <sub>2</sub> O au cours d'un refroidissement adiabatique à -10°C/h .....	30
Figure 1.18 Système NaCl-H <sub>2</sub> O en fonction de la température : fraction massique d'après [Bodnar et Vityk, 1994] et densité de la phase liquide calculée d'après [Mironenko & al., 2001] .....	30
Figure 1.19 Expansion volumique du système NaCl-H <sub>2</sub> O en fonction de la proportion de NaCl .....	31
Figure 1.20 Glace primaire (frazil) en bordure d'un front de glace déjà formée [Worby, 1999] .....	32
Figure 1.21 Glace primaire à la surface de la mer (nilas) source Institut Météorologique du Danemark .....	32
Figure 1.22 Détail de l'interface formation de glace – eau de mer [Kovacs, 1996] .....	33
Figure 1.23 Représentation schématique de la formation de glace de mer de première année [Schwarz & Weeks, 1977] .....	33
Figure 1.24 Stabilité générale du front de solidification d'après [Deville, 2009] .....	34
Figure 1.25 Type de croissance de glace d'après [Deville, 2008] .....	34
Figure 1.26 Principe du rejet des particules et modèle de la formation lamellaire de glace d'une longueur d'onde ( $\lambda$ ) d'après [Deville & al., 2007] .....	34
Figure 1.27 Longueur d'onde en fonction de la durée de solidification d'un corps d'épreuve de 2 cm (incertitude sur plus de 100 mesures) d'après [Munch & al., 2009] .....	34
Figure 1.28 Muret en béton dégradé par gel interne .....	36
Figure 1.29 Béton de corniche peu résistant à l'écaillage .....	36
Figure 1.30 Relation entre le degré de saturation de deux bétons et le module d'élasticité d'Young après 6 cycles de gel-dégel [Fagerlund, 1995] .....	37
Figure 1.31 Eau gelable à -15°C dans un béton. (A) spécimen non séché, (B) spécimen séché et re-saturé [Vuorinen, 1973] .....	37
Figure 1.32 Quantité d'eau gelable dans un béton, adapté de [Fagerlund, 1993] .....	38
Figure 1.33 Quantité d'eau gelable dans un béton mesurée par calorimétrie à basse température [Marchand, 1993] .....	38
Figure 1.34 Comportement dimensionnel des pâtes de ciment au cours du gel, d'après [Powers & Helmuth, 1953] repris par [Durabilité des bétons, 2008] .....	39
Figure 1.35 Déformation d'un mortier (E/C=0.6) au cours du gel en fonction de son degré de saturation [Ramachandran & al., 1981] repris par [Durabilité des bétons, 2008] .....	39
Figure 1.36 Formation de glace dans un milieu poreux d'après [Defay & al., 1966] .....	39
Figure 1.37 Influence de l'ajout d'un superplastifiant sur le facteur d'espacement critique [Pigeon & al., 1996] .....	40
Figure 1.38 Durabilité des bétons en fonction du rapport E/C et du facteur d'espacement après 300 cycles de gel-dégel, d'après les travaux de [Okada & al. 1981] présenté par [Korhonen, 2002] .....	40

Figure 1.39 Mise en évidence de l'effet pessimum dans un béton avec ou sans agent entraîneur d'air (A/E) [Verberck & Klieger, 1957] .....	44
Figure 1.40 Combinaison de l'influence en % de NaCl dans la solution de surface et en % de NaCl dans la solution de re-saturation du béton [Marchand, 1993] .....	44
Figure 1.41 Résultats de l'essai d'écaillage selon le slab-test d'un même béton en fonction de la concentration en NaCl (intérieure au béton et dans la solution de surface) et du cycle de gel-dégel (colonnes A à F : taux de refroidissement de -2 ou -5,5°C/h et la température minimale de -7 ; -14 ou -22°C), d'après [Lindmark, 1998]. .....	45
Figure 1.42 Absorption d'eau du corps d'épreuve et écaillage (scaling) en fonction du nombre de cycles appliqués au cours d'un essai d'écaillage selon le slab-test, d'après [Bager, 2010] .....	45
Figure 1.43 Médianes et moyennes de l'écaillage de 4 éprouvettes d'une même formule de béton en faisant varier la teneur en air, d'après [Prost et Orcel, 2003] .....	46
Figure 1.44 Relation entre le facteur d'espacement (seuils de 200 et 250 $\mu\text{m}$ ) et l'écaillage (seuils de 600 et 750 $\text{g}/\text{m}^2$ ) d'après [Prost et Orcel, 2003], les seuils sont issus de [Recommandations gel, 2003] .....	46
Figure 1.45 Influence de la durée de la conservation en eau sur le résultat d'écaillage (sur surface sciée), d'après [Utgenannt & Petersson, 1997] .....	48
Figure 1.46 Influence du pourcentage d'humidité relative à 20°C lors de la période de séchage sur le résultat d'écaillage sur surface moulée de deux bétons traditionnels (A : 420 $\text{kg}/\text{m}^3$ de ciment et 1,2% d'air entraîné, B : 380 $\text{kg}/\text{m}^3$ de ciment 2,9% d'air entraîné), d'après [Utgenannt & Petersson, 1997] .....	48
Figure 1.47 Effet du séchage sur la quantité d'eau gelable dans un béton traditionnel [Marchand, 1993] .....	49
Figure 1.48 Description des paramètres généraux d'un cycle de gel-dégel .....	50
Figure 1.49 Influence connue des paramètres du cycle de gel-dégel sur le gel interne et l'écaillage .....	51
Figure 1.50 Roche calcaire poreuse présentant un degré de saturation supérieur à 95% et une forte détérioration au gel-dégel (fissures et écaillage) – façade d'immeuble, Copenhague, Danemark d'après [I-Stone, 2006] .....	51
Figure 1.51 Prismes de calcaire immergés dans une solution contenant de 0 à 4% de NaCl, après 4 cycles de gel-dégel [Wessman, 1997] .....	52
Figure 1.52 Diagramme des propriétés, facteurs et comportements dans le mécanisme de cristallisation des sels [Doehne, 2002] .....	53
Figure 1.53 Enregistrement des températures au cours d'un cycle de gel-dégel en différentes positions d'un prisme 10x10x40 (essai de gel interne NF P 18-424) et enceinte climatique fonctionnant par bain de glycol .....	55
Figure 1.54 Slab-test – Évaluation du module d'élasticité par mesure de la fréquence de résonance ou la vitesse de transmission des ondes ultrasonores d'après le CEN/TR 15177:2006 .....	56
Figure 1.55 Air occlus recommandé en fonction de la dimension des granulats composant le béton [Recommandations gel, 2003] .....	56
Figure 1.56 Relation entre mesure d'air occlus (béton frais) et $L_{\text{barre}}$ (béton durci) sur plus de 600 bétons [Pleau & al., 2001] .....	57
Figure 1.57 Sondes géométriques appliquées à l'évaluation du $L_{\text{barre}}$ [Pleau & al., 2001] .....	58
Figure 1.58 Évaluation de l'épaisseur de pâte cimentaire autour d'une bulle d'air de surface équivalente à la somme de la surface des bulles .....	58
Figure 1.59 Répartition du même nombre de bulles d'un volume moyen dans un arrangement cubique et calcul de la demi-distance entre deux bulles d'air .....	58
Figure 1.60 Réalisation de l'essai d'écaillage Français XP P 18-420 .....	60
Figure 1.61 Le dispositif d'essai du CDF test [Setzer & al., 1996] .....	61
Figure 1.62 Cube-test container et sonde thermique [RILEM Draft recommandations, 1995] .....	61
Figure 1.63 Répétabilité de l'essai d'écaillage CDF-test [Setzer & Auberg, 1994] .....	62
Figure 1.64 Comparaison des résultats à 28 cycles entre le CDF-test et le slab-test [Setzer & Auberg, 1994] .....	62
Figure 1.65 Comparaison des résultats des essais d'écaillage proposés dans la prEN/CEN TS 12390-9 d'après [Boos & Giergiczny, 2010] .....	62
Figure 1.66 Cycles de gel-dégel appliqués dans les normes d'essai Françaises (liste non exhaustive) .....	64
Figure 1.67 Classes d'exposition d'un béton en fonction de son environnement .....	65
Figure 1.68 Essais généralement réalisés sur les bétons traditionnels de 35 à 60 MPa pour assurer la résistance au gel (G) ou gel en présence de sels (G+S) en fonction de la classe d'exposition (XF3 ou XF4) .....	65
Figure 2.1 Caractéristiques des acquisitions pour l'évaluation de la surface de pâte et la détermination du réseau de bulles d'air .....	78
Figure 2.2 Étapes de la segmentation de forme par gradient : image d'intensité, gradient et contour d'objet .....	79
Figure 2.3 Images aux contours d'objets en fonction du niveau de seuillage sur le gradient .....	79
Figure 2.4 Nombre d'objets détectés et % de surface retenue en fonction du niveau de seuillage .....	80
Figure 2.5 Segmentation de forme de l'image acquise et image contenant pâte et résidus par suppression des granulats segmentés .....	80
Figure 2.6 Image labellisée après seuillage (pâte cimentaire en bleu) .....	81

Figure 2.7 Bornes de l'intervalle correspondant à de la pâte avec un coefficient de coupure de 0,75 .....	81
Figure 2.8 Détermination de la surface de pâte depuis l'image pâte et résidus en fonction du nombre de vides contenus dans l'objet de plus grande surface .....	82
Figure 2.9 Profil d'intensité parcourant une bulle d'air (plaque polie au grain 1000 puis aluminée) .....	83
Figures 2.10 Principes de réflexion de la lumière, la réflexion diffuse est applicable aux surfaces mates .....	84
Figure 2.11 Segmentation des bulles d'air pour trois niveaux de seuillage à partir d'une plaque polie et aluminée .....	84
Figure 2.12 Segmentation des bulles d'air pour trois niveaux de seuillage à partir d'une plaque polie, encrée et aluminée .....	84
Figure 2.13 Évaluation du réseau de bulles d'air et calcul du $L_{\text{barre}}$ pour une plaque aluminée, puis encrée et aluminée .....	85
Figure 2.14 Correspondance entre une mesure ASTM C457 et l'intensité du seuillage par analyse d'image .....	85
Figure 2.15 Paramètres (N et A) et $L_{\text{barre}}$ en fonction de l'intensité de seuillage pour une plaque encrée et aluminée et pour une plaque aluminée .....	86
Figure 2.16 Comparaison des méthodes d'évaluation de la surface de pâte .....	89
Figure 2.17 Évaluation du réseau d'air entraîné et du facteur d'espacement .....	90
Figure 2.18 Formule du béton B1 .....	94
Figure 2.19 Béton B1 – Résultats d'essais sur béton frais .....	95
Figure 2.20 Béton B1 – Porosité accessible à l'eau .....	95
Figure 2.21 Béton B1 – Absorption capillaire à 24h .....	96
Figure 2.22 Béton B1 – Évolution du facteur d'espacement depuis la surface coffrée .....	96
Figure 2.23 Formule du béton B2 .....	97
Figure 2.24 Béton B2 – Résultats d'essais sur béton frais .....	97
Figure 2.25 Béton B2 - Essais d'adhérence sur paroi coffrée .....	98
Figure 2.26 Évaluation de la traction par adhérence sur la face latérale de l'essai 3225-4 .....	98
Figure 2.27 Formule du béton B3 .....	98
Figure 2.28 Béton B3 - Résultats d'essais sur béton frais .....	99
Figure 2.29 Béton B3 – Porosité accessible à l'eau et absorption capillaire à 24h .....	99
Figure 2.30 Béton B3 – Détermination du facteur d'espacement selon ASTM C457 .....	100
Figure 2.31 Béton B3 - Sensibilité au gel des granulats .....	100
Figure 2.32 Fractionnement au gel des granulats dans l'eau (à droite) et dans une solution à 3% de NaCl (à gauche) .....	101
Figure 2.33 Évolution de la granulométrie du sable 0/4 semi-concassé de la formule B3 après 10 cycles de gel-dégel dans l'eau .....	101
Figure 2.34 Évolution de la granulométrie du sable 0/4 semi-concassé de la formule B3 après 10 cycles de gel-dégel dans une solution à 3% de NaCl .....	101
Figure 2.35 Évolution de la granulométrie du sable normalisé (CEN) après 10 cycles de gel-dégel dans l'eau .....	102
Figure 2.36 Évolution de la granulométrie du sable normalisé CEN après 10 cycles de gel-dégel dans une solution à 3% de NaCl .....	102
Figure 2.37 Moyenne des résultats d'essais selon la médiane à 56 cycles et 3% de NaCl .....	103
Figure 2.38 Béton B1 – Résultats d'essais (4 corps d'épreuve) à 56 cycles et 3% de NaCl .....	104
Figure 2.39 Formule B1 - Résultats d'écaillage (médianes et moyennes de 4 résultats individuels) .....	104
Figure 2.40 Formule B1 – Résultats individuels (24 corps d'épreuve) au cours des cycles .....	105
Figure 2.41 Béton B2 – Résultats d'essais (4 corps d'épreuve) à 56 cycles et 3% de NaCl .....	105
Figure 2.42 Formule B2 - Résultats d'écaillage (médianes et moyennes de 4 résultats individuels) .....	106
Figure 2.43 Béton B2 – Résultats individuels au cours des cycles (16 corps d'épreuve) .....	106
Figure 2.44 Béton B3 – Résultats d'essais (4 corps d'épreuve) à 56 cycles et 3% de NaCl .....	107
Figure 2.45 Formule B3 - Résultats d'écaillage (médianes et moyennes de 4 résultats individuels) .....	107
Figure 2.46 Béton B3 – Résultats individuels au cours des cycles (16 corps d'épreuve) .....	108
Figure 2.47 Béton B1 - Évolution de l'écaillage de 0 à 56 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface .....	109
Figure 2.48 Béton B1 – Médiane et moyenne de 4 résultats individuels d'écaillage à 56 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface .....	109
Figure 2.49 Béton B3 - Évolution de l'écaillage de 0 à 56 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface .....	110
Figure 2.50 Béton B3 – Résultat d'écaillage à 56 cycles en fonction du % (en masse) NaCl dans la solution de surface .....	111
Figure 2.51 Béton B3 – Évolution de l'écaillage de 0 à 302 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface .....	111
Figure 2.52 Béton B3 – Résultat d'écaillage de 4 corps d'épreuve à 56 et 302 cycles en fonction du % (en masse) de NaCl dans la solution de surface .....	112
Figure 2.53 Béton B1 – Front de pénétration et écaillage pour différentes expositions (concentration de NaCl dans la	

solution de surface et nombre de cycles).....	114
Figure 2.54 Béton B1 – Front de pénétration des ions chlorure et effet pessimum à une échéance de 56 cycles .....	114
Figure 2.55 Profil de teneur en chlorures totaux à 56 cycles et 3% de NaCl .....	115
Figure 2.56 Profils de teneur en chlorures pour une exposition à 1,5-3 et 6% de NaCl dans la solution de surface à échéance de 56 cycles .....	116
Figure 2.57 Profils de teneur en chlorures pour une exposition à 3% de NaCl à une échéance de 14-28-42 et 56 cycles de gel-dégel.....	116
Figure 2.58 Suivi de température dans la solution de surface contenant 0-10-20% de NaCl et saturée en NaCl .....	117
Figure 2.59 Température initiale de changement de phase de la glace en eau ( $T_m$ ) et du changement de phase de la saumure en hydrohalite ( $TE'$ ) dans une solution de surface contenant différentes concentrations de NaCl.....	118
Figure 2.60 Suivi de température dans la solution de surface contenant 0-10-20% de NaCl et saturée en NaCl .....	119
Figure 2.61 Température initiale de changement de phase de la glace en eau ( $T_m$ ) et du changement de phase de la saumure en hydrohalite ( $TE'$ ) dans une solution de surface d'une hauteur de 2,5 à 20 mm .....	119
Figure 2.62 Première couche de glace continue à surface "lisse" .....	120
Figure 2.63 Première couche de glace continue à surface granuleuse .....	120
Figure 2.64 Rupture de la première couche de glace et recouvrement par la phase liquide.....	121
Figure 2.65 Fragmentation de la première couche de glace dont les cristaux présentent un arrangement désordonné après consolidation de l'ensemble du système NaCl-H <sub>2</sub> O à -20°C .....	121
Figure 2.66 Résultats de répétabilité sur les trois formules de béton .....	122
Figure 2.67 Résultats d'écaillage sur mortier de béton équivalent.....	125
Figure 2.68 Écaillage d'un mortier fabriqué selon la NF EN 196-1 .....	126
Figure 2.69 Corps d'épreuve de mortier après 299 cycles d'écaillage, face supérieure.....	126
Figure 2.70 Corps d'épreuve en mortier après 299 cycles d'écaillage, face inférieure.....	126
Figure 2.71 Fracturation dans la masse après 10 cycles de gel-dégel dans les conditions de l'essai d'écaillage, d'un coulis E/C=0,45 avec adjuvant entraîneur d'air (0,2% du ciment en masse) .....	127
Figure 2.72 Moule métallique de fabrication des corps d'épreuve cubiques de dimensions 16x14x3,5 ( en cm) .....	129
Figure 2.73 Capots isolants pour les corps d'épreuve cubiques.....	129
Figure 2.74 Schéma d'un boîtier plastique étanche contenant un prisme 4x4x16 (en cm) immergé .....	130
Figure 2.75 Corps d'épreuve immergés en cours d'essai.....	130
Figure 2.76 Cycle de type gel interne (4cycles/jour) appliqué aux prismes 4x4x16 (en cm).....	130
Figure 2.77 Cycle de température de type gel interne appliqué sur prisme 4x4x16 (en cm) et enregistrement de la température sur un corps d'épreuve cubique.....	131
Figure 2.78 Cycle de température de type écaillage appliqué sur corps d'épreuve cubique et enregistrement de la température sur prisme 4x4x16 (en cm).....	131
Figure 2.79 Liste des séries d'essais réalisées.....	133
Figure 2.80 Mesures d'air occlus sur mortier et coulis .....	134
Figure 2.81 Résistance mécanique des différentes formules testées .....	134
Figure 2.82 Mesures de la porosité par intrusion au mercure (poroHg), de la porosité accessible à l'eau et de l'absorption capillaire .....	135
Figure 2.83 Porosité par intrusion au mercure sur coulis et mortiers sans adjuvant ni ajout .....	135
Figure 2.84 Porosité par intrusion au mercure sur mortiers .....	135
Figure 2.85 Teneur en eau et saturation des formules testées évaluée au démarrage de l'essai.....	136
Figure 2.86 Facteur d'espacement des formules de base .....	136
Figure 2.87 Série C.c.1.(12)-0,44-1-0-0 - écaillage .....	137
Figure 2.88 Série M.c.1.(12)-0,44-0-1-1 - écaillage .....	137
Figure 2.89 Série C.c.4(6x4)-0,44-1-0-0 - écaillage .....	138
Figure 2.90 Série C.c.1(3x4)-0,44-1-0-0 - écaillage .....	138
Figure 2.91 Série M.p.4.(6x3)-0,5-0-0-1 – écaillage.....	139
Figure 2.92 Série M.p.4.(6x3)-0,5-0-0-1 – allongement relatif.....	139
Figure 2.93 Série M.p.1(18)-0,44-0-1-1 - écaillage .....	141
Figure 2.94 Série M.p.1.(18)-0,44-0-1-1 – allongement relatif.....	141
Figure 2.95 Série M.p.1.(18)-0,44-0-1-1 – fréquence de résonance .....	141
Figure 2.96 Série M.p.4.(6x3)0,44-0-1-1 - écaillage.....	142
Figure 2.97 Série M.p.4.(6x3)0,44-0-1-1 – allongement relatif.....	142
Figure 2.98 Prisme de la série M.p.4.(6x3)-0,44-0-1-1 exposé à 181 cycles et 0% de NaCl (en haut), 156 cycles et 3% de NaCl (en bas).....	143
Figure 2.99 Série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 – écaillage .....	144
Figure 2.100 Série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 – allongement relatif.....	144
Figure 2.101 Série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 – fréquence de résonance .....	144
Figure 2.102 Faces extérieures de l'éprouvette de la série C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 exposée à 22 cycles et 3% de NaCl.....	145

Figure 2.103 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – écaillage.....	146
Figure 2.104 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – allongement relatif.....	146
Figure 2.105 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – fréquence de résonance .....	146
Figure 2.106 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – dégradation des faces latérales à 250 cycles.....	147
Figure 2.107 Série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 – dégradation des faces fond de moule à 250 cycles .....	147
Figure 2.108 Relevé visuel du niveau de dégradation en fonction de la concentration de NaCl et de la face exposée	148
Figure 2.109 Série C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 – écaillage.....	149
Figure 2.110 Série C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 – allongement relatif.....	149
Figure 2.111 Série C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 – fréquence de résonance .....	149
Figure 2.112 Série C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0 – écaillage.....	150
Figure 2.113 Série C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0 – allongement relatif.....	150
Figure 2.114 Série C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0 – fréquence de résonance.....	150
Figure 2.115 Variation de formule C.p.1. et M.p.1. – écaillage.....	151
Figure 2.116 Variation de formule C.p.1. et M.p.1. – allongement relatif.....	151
Figure 2.117 Variation de formule C.p.1. et M.p.1. – fréquence de résonance.....	151
Figure 2.118 Coulis sans adjuvant ni ajout, C.p.1.(3)-0,44-0-0-0, partiellement immergé dans 3% de NaCl après 13 cycles de type écaillage (1cycle/jour).....	153
Figure 2.119 Coulis sans adjuvant ni ajout, C.p.1.(3)-0,44-0-0-0, partiellement immergé dans 3% de NaCl après 22 cycles de type écaillage (1 cycle/jour) .....	153
Figure 2.120 Synthèse – C.c.1.(12)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.2.1).....	154
Figure 2.121 Synthèse – M.c.1.(12)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.2.1).....	154
Figure 2.122 Synthèse – C.c.4.(6x4)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.2.2).....	154
Figure 2.123 Synthèse – C.c.1.(6x4)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.2.2).....	154
Figure 2.124 Synthèse - M.p.4.(6x3)-0,5-0-0-1 (détail section 2.4.3.1).....	155
Figure 2.125 Synthèse - M.p.1.(18)-0,44-0-0-1 (détail section 2.4.3.2).....	155
Figure 2.126 Synthèse - M.p.4.(6x3)-0,44-0-1-1 (détail section 2.4.3.3).....	155
Figure 2.127 Synthèse - C.p.1.(18)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.3.4) .....	155
Figure 2.128 Synthèse - C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.3.5).....	155
Figure 2.129 Synthèse - C.p.1.(6x3)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.3.6).....	156
Figure 2.130 Synthèse - C.p.4.G.(6x3)-0,44-1-0-0 (détail section 2.4.3.7).....	156
Figure 2.131 Synthèse - Variation de la formulation du matériau (détail section 2.4.3.8).....	156
Figure 3.1 Acquisition 3D d'une surface de béton contenant des bulles d'air et un défaut de compactage.....	161
Figure 3.2 Acquisition d'un profil 2D sur un linéaire d'une surface de béton polie .....	161
Figure 3.3 Béton B1 - Répartition log-normale des résultats individuels d'écaillage.....	162
Figure 3.4 Béton B2 - Répartition log-normale des résultats individuels d'écaillage.....	162
Figure 3.5 Dispersion des courbes normales de répartition du logarithme népérien des masses d'écaillés de tous les bétons étudiés (B1, B2 et B3) .....	164
Figure 3.6 Dispersion d'une loi log-normale d'un coefficient de variation de 77% .....	164
Figure 3.7 Analyse statistique du résultat (nombre de cycles) à une valeur d'écaillage donnée.....	166
Figure 3.8 Béton B1 – Nombre de cycles en fonction des masses écaillées .....	167
Figure 3.9 Loi de distribution du nombre de cycles à une valeur d'écaillage fixée .....	167
Figure 3.10 Corps d'épreuve de la série M.c.1.(12)-0,44-0-1-1, à 28 cycles.....	171
Figure 3.11 Détérioration localisée (diamètre d'un ordre de grandeur de 0,5 mm) à la surface d'un corps d'épreuve 16x14x3,5 (en cm) en mortier .....	171
Figure 3.12 Corps d'épreuve de la série C.c.1.(12)-0,44-1-0-0 après 28 cycles d'exposition .....	172
Figure 3.13 Éclat de forme circulaire (diamètre d'un ordre de grandeur de 1 cm) en surface et sphérique dans le matériau et éclats de forme quelconque (dimension ½ mm).....	172
Figure 3.14 Résultats d'essais d'écaillage d'un prisme de coulis (rotation de 90° de la face fabriquée/face exposée) après 268 cycles (fabrication et exposition identique à la série C.p.4.(6x3)-0,44-1-0-0).....	174
Figure 3.15 Béton B3 –Résultats de l'analyse statistique de l'adéquation à des lois log-normale pour 16 résultats d'essais exposés à une solution contenant 0-1-2-3-4-5 et 7% de NaCl.....	175
Figure 3.16 Béton B3 - Incertitude de la répartition des résultats lors de l'exposition à une solution de surface contenant 0-1-2-3-4-5 et 7% de NaCl.....	176
Figure 3.17 Absence d'effet pessimum pour les prismes 4x4x16 (en cm) constitués de mortier et partiellement immergés.....	177
Figure 3.18 Effet pessimum pour les prismes 4x4x16 (en cm) constitués de coulis et partiellement immergés .....	177
Figure 3.19 Caractéristiques des cycles thermiques de 6 h (4 cycles par jour) et 24 h (1 cycle par jour).....	178
Figure 3.20 Influence du cycle thermique sur les prismes 4x4x16 (en cm) partiellement immergés .....	179
Figure 3.21 Influence du cycle thermique sur les cubes 16x14x3,5 (en cm)partiellement immergés.....	179
Figure 3.22 Évolution de la perte de masse relative en fonction de la fréquence de résonance, immersion partielle dans	

3% de NaCl.....	181
Figure 3.23 Évolution de la perte relative de masse en fonction de l'allongement relatif d'un mortier (rapport E/C=0,50, sans adjuvant entraîneur d'air) partiellement immergé dans 0,0-1,5-3,0-4,5-7,0 et 10,0% de NaCl..	183
Figure 3.24 Répétabilité des mesures d'écaillage (résultat par perte de masse et résultat en nombre de cycles), d'allongement relatif et de résonance sur mortier et coulis.....	184
Figure 3.25 Béton B1 - Lois de distribution normale (front de pénétration des chlorures par colorimétrie) et log-normale (masses écaillées) des mesures pour une exposition à 3% de NaCl et une échéance de 56 cycles .....	187
Figure 3.26 Béton B3 – Front de pénétration des ions chlorure par colorimétrie et effet pessimum .....	187
Figure 3.27 Teneur en chlorures totaux proche de la surface en fonction de l'écaillage .....	188
Figure 3.28 Caractéristiques des bétons B1 et B3 et résultats d'écaillage (moyenne sur 24 corps d'épreuve pour B1 et 16 corps d'épreuve pour B3).....	189
Figure 3.29 Zones d'amorce et de propagation de la détérioration par écaillage à 3% de NaCl, corps d'épreuve (15x15 en cm) photographié à 20, 34 et 56 cycles (essai n°3177-1).....	189
Figure 3.30 Résidus d'écaillage de la formule B1 - Illustration des faciès de rupture mécanique.....	190
Figure 3.31 Béton B1 - Soulèvement circulaire et délaminage à la surface de la pâte cimentaire .....	190
Figure 3.32 Béton B3 – Corps d'épreuve après 302 cycles d'exposition à 3% de NaCl (essai n°3309 - $\phi = 16$ cm) Résultat d'écaillage biaisé par la détérioration de granulats .....	191
Figure 3.33 Caractéristiques des mortiers et résistance au gel-dégel en présence de 3% de NaCl .....	192
Figure 3.34 Coulis sans ajout présentant des éclats sphériques de surface après immersion partielle dans une solution contenant 3% de NaCl et soumis à 4 cycles de type écaillage (1 cycle par jour).....	194
Figure 3.35 Éclat de surface (dimension caractéristique de 2 mm).....	196
Figure 3.36 Éclat de surface (dimension caractéristique de 1 cm).....	196
Figure 3.37 Éclat de surface (dimension caractéristique de 1 mm).....	196
Figure 3.38 Schéma de principe de l'évolution de la détérioration combinée gel interne - écaillage .....	199
Figure 3.39 Solidification du système NaCl-H <sub>2</sub> O, estimation de la fraction massique liquide relative à la masse initiale sous la première couche de glace formée .....	201
Figure 3.40 Principe de la solidification de la solution au contact de la paroi d'un corps d'épreuve .....	201
Figure 3.41 Épaisseur de la fraction liquide à une température donnée en fonction de l'épaisseur initiale d'une solution contenant 3% de NaCl.....	202
Figure 3.42 Schéma de principe du mécanisme de détérioration par gélifraction par couche en surface .....	203
Figure 3.43 Schéma de principe du mécanisme de formation d'un éclat de surface par l'expansion d'un pont de glace isolé et pression hydraulique concomitante.....	204
Figure 3.44 Schéma de principe du mécanisme de formation d'un éclat de surface par le gonflement du matériau et la compression exercée sur un îlot de fraction liquide non gelée.....	205

## ❖ LISTE DES FIGURES DES ANNEXES

Figure A. 1 Carte de répartitions des zones de gel en France, d'après [Recommandations gel, 2003].....	227
Figure A. 2 Carte de répartition des intensités de salage en France, d'après [Recommandations gel, 2003] .....	227
Figure A. 3 Classes d'exposition selon la NF EN 206-1 .....	229
Figure A. 4 Classe d'exposition selon la NF EN 206-1/CN Tableau NA.1 .....	229
Figure A. 5 Classe d'exposition selon le fascicule 65.....	229
Figure A. 6 Spécification des bétons selon [Recommandation gel, 2003], le fascicule 65 du CCTG et [Recommandations durabilité, 2010] .....	230
Figure A. 7 Matériel d'acquisition d'image .....	232
Figure A. 8 Poste de commande (joysticks, clavier et écrans).....	232
Figure A. 9 Prélèvement des corps d'épreuve et implantation des lignes transversales .....	233
Figure A. 10 Gabarit de découpe d'une plaque de 2 cm d'épaisseur .....	234
Figure A. 11 Découpe des plaques d'essai dans un cylindre 16x32.....	234
Figure A. 12 Défaut de planéité d'une plaque peinte en blanc puis polie .....	235
Figure A. 13 Polisseuse à plateau $\phi = 300$ mm (à gauche : polissage manuel, à droite : bras automatique).....	236
Figure A. 14 Procédure de polissage appliquée avant l'étude.....	236
Figure A. 15 Procédure de polissages testées.....	237
Figure A. 16 Procédure de polissage retenue pour l'étude.....	237
Figure A. 17 Coloration à la peinture acrylique rouge .....	238
Figure A. 18 Coloration à l'encre à alcool noire .....	238
Figure A. 19 Échantillons imprégnés à la résine colorée .....	238
Figure A. 20 Acquisition d'échantillons imprégnés de résine sous éclairage incident colorée en noir (gauche) et rouge .....	

(droite).....	239
Figure A. 21 Plaque polie et aluminée .....	239
Figure A. 22 Plaque polie, encre et aluminée.....	239
Figure A. 23 Mise sous presse d'une plaque pour le comptage manuel.....	241
Figure A. 24 Gabarit d'acquisition pour l'acquisition d'image numérique.....	241
Figure A. 25 Gabarit d'acquisition pour l'acquisition d'image numérique – principe de l'appui négatif.....	241
Figure A. 26 Mosaïque x20 et 9 images élémentaires pour évaluation de la surface de pâte .....	242
Figure A. 27 Pixelisation d'un disque .....	242
Figure A. 28 Implantation des 14 bandeaux d'acquisition au x100 et découpe en 4 images de 960x24320 pixels <sup>2</sup> pour la détection des bulles d'air .....	243
Figure A. 29 Détails des informations issues de la fabrication d'une gâchée de la formule B1 .....	245
Figure A. 30 Représentation de l'évolution de la proportion de pâte P en fonction de la profondeur dans un béton durci à proximité d'une paroi coffrée lors de la fabrication .....	246
Figure A. 31 Préparation des corps d'épreuve - Sciage du cube de 15 cm de côté.....	249
Figure A. 32 Vue en coupe d'un corps d'épreuve.....	250
Figure A. 33 Illustration d'une éprouvette et de son capot isolant.....	250
Figure A. 34 Entrée en enceinte climatique des corps d'épreuve .....	250
Figure A. 35 Fuseau de température du cycle de gel/dégel de la norme XP P 18-420 et exemple de vérification de la température à la surface d'une éprouvette.....	251
Figure A. 36 Caractéristiques moyennes du cycle .....	251
Figure A. 37 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 0 cycle.....	252
Figure A. 38 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 6 cycles .....	253
Figure A. 39 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 13 cycles .....	254
Figure A. 40 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 20 cycles .....	255
Figure A. 41 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 27 cycles .....	256
Figure A. 42 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 34 cycles .....	257
Figure A. 43 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 41 cycles .....	258
Figure A. 44 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 49 cycles .....	259
Figure A. 45 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 56 cycles.....	260
Figure A. 46 Résultats de reproductibilité sur une dérivée de la formule de béton B1 contenant 5,1 à 5,5% d'air occlus .....	271
Figure A. 47 Béton B1 – Facteur d'espacement en fonction de la profondeur .....	272
Figure A. 48 Évolution des caractéristiques du béton proche de la surface : quantité de pâte cimentaire et proportion d'air.....	273
Figure A. 49 Représentation de la méthode de fendage.....	277
Figure A. 50 Prise de mesure après révélation par colorimétrie (essai 3179-1).....	277
Figure A. 51 Détérioration localisée de l'écaillage (essai n°3178-2).....	278
Figure A. 52 Représentativité du résultat de mesure colorimétrique .....	278
Figure A. 53 Représentation des prélèvements pour l'extraction-dosage des chlorures libres et totaux .....	279
Figure A. 54 Béton B1 - Résultats d'essais à 3% de NaCl et une échéance de 14-28-42 et 56 cycles .....	281
Figure A. 55 Béton B1 – Résultats des essais de répétabilité à 3% de NaCl et une échéance de 56 cycles.....	281
Figure A. 56 Béton B1 – Résultats d'essais à 0,0-1,5-3,0 et 6,0% de NaCl une échéance de 56 cycles.....	282
Figure A. 57 Béton B2 – Résultats des essais de répétabilité à 3% de NaCl et une échéance de 56 cycles.....	282
Figure A. 58 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 0,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles .....	283
Figure A. 59 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 1,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles .....	283
Figure A. 60 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 2,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles .....	284
Figure A. 61 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 3,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles.....	284
Figure A. 62 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 4,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles .....	284
Figure A. 63 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 5,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles .....	285
Figure A. 64 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 7,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles.....	285
Figure A. 65 Béton B1 - Front de pénétration des ions chlorure et résultat d'écaillage.....	287
Figure A. 66 Béton B3 – Front de pénétration et écaillage à 56 et 302 cycles, en fonction du % de NaCl .....	288
Figure A. 67 Teneur en ions chlorure libres ou totaux en fonction de la profondeur de prélèvement .....	289
Figure A. 68 Béton B1 - Histogramme des résultats individuels d'écaillage à 27 cycles .....	290
Figure A. 69 Détermination de la loi normale des valeurs log-normales selon la méthode de la droite de Henry .....	291
Figure A. 70 Caractéristiques des loi normales réduites équivalentes depuis les droites de Henry .....	291
Figure A. 71 Représentation des lois normales réduites équivalentes .....	292
Figure A. 72 Caractéristiques des loi log-normales .....	292
Figure A. 73 Béton B1 – Fonction de densité de probabilité des résultats à 56 cycles .....	293
Figure A. 74 Calcul d'un nombre moyen de cycles pour atteindre une quantité de masse écaillée.....	294



Figure A. 75 Béton B1 - Identification du nombre de cycles nécessaire pour atteindre une valeur de masse écaillée de 927 g/m <sup>2</sup> .....	295
Figure A. 76 Béton B1 – Analyse statistique du nombre de cycles nécessaires pour obtenir un écaillage de 927 g/m <sup>2</sup> .....	295
Figure A. 77 Identification du nombre de cycles nécessaires pour obtenir une valeur fixée de masse écaillée à 927, 600 et 200 g/m <sup>2</sup> .....	296
Figure A. 78 Béton B1 – Analyse statistique du nombre de cycles nécessaires pour un écaillage de 600 et de 200 g/m <sup>2</sup> .....	296
Figure A. 79 Béton B2 - Identification du nombre de cycles nécessaire pour atteindre une valeur de masse écaillée de 54 g/m <sup>2</sup> .....	297
Figure A. 80 Béton B2 – Analyse statistique du nombre de cycles nécessaires pour un écaillage de 54 g/m <sup>2</sup> .....	297
Figure A. 81 Béton B3 - Identification du nombre de cycles nécessaire pour atteindre une valeur de masse écaillée de 13 g/m <sup>2</sup> .....	298
Figure A. 82 Béton B3 – Analyse statistique du nombre de cycles nécessaires pour un écaillage de 13 et de 50 g/m <sup>2</sup>	298

# ANNEXES

## SOMMAIRE

---

<b>Annexe 1</b>	<b>Définition des classes d'exposition</b>	<b>227</b>
<b>Annexe 2</b>	<b>Matériel d'analyse d'image</b>	<b>232</b>
<b>Annexe 3</b>	<b>Préparation des corps d'épreuve pour l'acquisition d'image</b>	<b>233</b>
<b>Annexe 4</b>	<b>Surface de pâte théorique / mesurée</b>	<b>245</b>
<b>Annexe 5</b>	<b>Essai d'écaillage selon la norme XP P 18-420</b>	<b>249</b>
<b>Annexe 6</b>	<b>Fiches techniques produits de la formule B1</b>	<b>261</b>
<b>Annexe 7</b>	<b>Résultats d'étude préalable sur la formule de béton B1</b>	<b>271</b>
<b>Annexe 8</b>	<b>Fabrication de la formule B3</b>	<b>275</b>
<b>Annexe 9</b>	<b>Essais de pénétration des ions chlorure</b>	<b>277</b>
<b>Annexe 10</b>	<b>Résultats d'essais d'écaillage des béton B1, B2 et B3</b>	<b>281</b>
<b>Annexe 11</b>	<b>Résultats détaillés de pénétration des Cl<sup>-</sup></b>	<b>287</b>
<b>Annexe 12</b>	<b>Loi de répartition log-normale des résultats d'essai</b>	<b>290</b>
<b>Annexe 13</b>	<b>Nouvelle interprétation du résultat d'écaillage</b>	<b>294</b>
<b>Annexe 14</b>	<b>Fiche technique produit du SIKA AER Solid</b>	<b>301</b>



# Annexe 1 DEFINITION DES CLASSES D'EXPOSITION ET SPECIFICATIONS

Le choix de la classe d'exposition est le point de départ d'une démarche générale sur la durabilité de l'ouvrage. La classe d'exposition impacte les spécifications sur la production du béton (prescription sur les matériaux et essais performantiels) mais également le dimensionnement de l'ouvrage et son exécution avec, par exemple, les épaisseurs d'enrobage des aciers dans le béton, le recouvrement des armatures ou encore la maîtrise de la fissuration.

## ❖ PRISE EN COMPTE DES CONDITIONS CLIMATIQUES EN FRANCE

L'exposition d'un ouvrage aux températures susceptibles d'entraîner le gel du béton est définie dans la norme NF EN 206-1/CN de décembre 2012. Les différentes zones sont définies depuis la carte de zone de gel de la Figure A. 1 :

- faible : moins de 3 jours avec une température inférieure à  $-5^{\circ}\text{C}$ ,
- modérée : situations intermédiaires entre le gel faible et sévère,
- sévères : plus de 10 jours avec une température inférieure à  $-10^{\circ}\text{C}$ .

Le fascicule de documentation FD P 18-326 – Zones de gel en France, complète cette carte de gel avec la liste des cantons classés en zone de gel et indique, s'il y a lieu, l'altitude limite entre deux zones de gel.

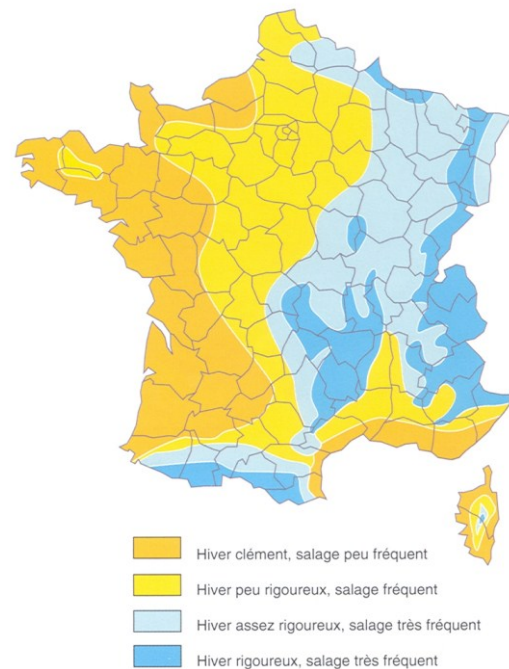
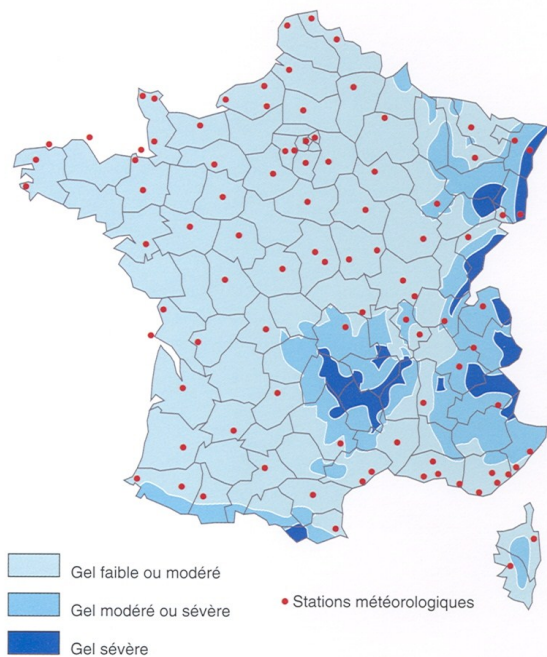


Figure A. 1 Carte de répartition des zones de gel en France, d'après [Recommandations gel, 2003]<sup>12</sup>

Figure A. 2 Carte de répartition des intensités de salage en France, d'après [Recommandations gel, 2003]

<sup>12</sup> Les zones de gel faible, modéré ou sévère se déterminent en fonction de l'altitude de la commune considérée (voir FD p 18-326).

Le chlorure de sodium, en raison de son faible coût et de son efficacité sur le domaine routier jusqu'à des températures de  $-8^{\circ}\text{C}$ , est le fondant le plus utilisé en France et en Europe avec 99% du tonnage répandu [Setra, 2011]. Les ventes de fondants se sont élevées à  $2000 \cdot 10^6$  kg en 2010 et ont été multipliées par 10 en 40 ans. Une analyse statistique à l'échelle régionale permet d'estimer, en fonction du niveau de service requis, qu'une quantité de  $10$  à  $80 \cdot 10^3$  kg/km<sup>2</sup> est épandue. Le salage, de par son intensité, est une problématique forte pour la durabilité des ouvrages car elle concerne non seulement l'écaillage des bétons lorsque l'ouvrage est situé en zone de gel sévère ou modéré mais également la pénétration des chlorures dans le béton et la corrosion des armatures.

La carte de salage routier (Figure A. 2) représente des zones de rigueurs hivernales  $H_i$  correspondantes à une politique de fréquence de salage. La carte d'origine est extraite du guide pratique « Aide à l'élaboration du dossier d'organisation de la viabilité hivernale » du SETRA édition de 1994. La cartographie de la rigueur hivernale prise en compte dans l'aviation civile [DGAC, 2007] est plus récente mais sensiblement identique à la Figure A. 2. Le découpage des différentes zones repose sur les valeurs annuelles observées de nombre de jours avec chute de neige ( $j_1$ ), de nombre de jours avec précipitations verglaçantes ( $j_2$ ) et de nombre de jours de verglas sans précipitation ( $j_3$ ). Suivant cette distribution, le climat est dit :

- clément si  $j_1 + j_2 + j_3 < 10$ ,
- peu rigoureux si  $10 < j_1 + j_2 + j_3 < 30$ ,
- rigoureux si  $30 < j_1 + j_2 + j_3 < 50$ ,
- très rigoureux si  $50 < j_1 + j_2 + j_3$ .

Il faut donc retenir que cette carte correspond à une politique de salage face à des conditions climatiques mais ne correspond pas à une répartition réelle d'intensité de salage.

Ainsi, les conditions d'exposition d'une structure nécessitent une vérification locale. D'une part, les phénomènes météorologiques locaux peuvent conduire à une prise en compte plus sévère pour le gel. D'autre part, la fréquence de salage réelle peut être obtenue auprès de l'exploitant dont la politique de viabilité hivernale ne se positionne pas forcément dans un contexte d'exploitation similaire à celui exprimé sur cette carte.

### ❖ CLASSE D'EXPOSITION DES PARTIES D'OUVRAGES

Une fois le contexte environnemental établi, les différentes parties d'ouvrage sont identifiées et classées selon une triple entrée : saturation en eau, intensité de salage, et exposition au gel.

La fabrication de béton fait généralement référence à la norme NF EN 206-1 qui indique les classes d'exposition à prendre en compte dans le tableau 1 - Classes d'exposition – partie 5. Attaque gel-dégel avec ou sans agent de déverglaçage (voir Figure A. 3) ainsi qu'aux annexes nationales. Le fascicule 65 du CCTG, en cours de révision, est généralement applicable pour les marchés publics et surclasse certains environnements. Ces documents ont été établis à des dates différentes et utilisent 2 variables d'entrées sur les 3 :

- NF EN 206-1/CN/tableau 1/partie 5 (voir Figure A. 3), entrées : saturation en eau et intensité de salage,
- NF EN 206-1/CN/NA.4.1./figure NA.2., entrées : intensité de gel et intensité de salage (voir Figure A. 4),
- Fascicule 65 du CCTG (voir Figure A. 5), entrées : intensité de gel et intensité de salage.

Les textes sont faciles d'emploi lorsqu'on se situe en zone de gel sévère. Il est parfois délicat de

classer un ouvrage situé en zone de gel modéré avec un salage fréquent.

Lorsque le béton est soumis à une attaque significative due à des cycles de gel-dégel alors qu'il est mouillé, les différentes classes d'exposition sont :		
Désignation de la classe	Description de l'environnement	Exemples informatifs illustrant le choix des classes d'exposition.
XF1	Saturation modérée en eau, sans agent de déverglaçage	Surfaces verticales de bétons exposées à la pluie et au gel.
XF2	Saturation modérée en eau, avec agents de déverglaçage	Surfaces verticales de bétons des ouvrages routiers exposées au gel et à l'air véhiculant des agents de déverglaçage.
XF3	Forte saturation en eau, sans agent de déverglaçage	Surfaces horizontales de bétons exposées à la pluie et au gel.
XF4	Forte saturation en eau, avec agent de déverglaçage	Routes et tabliers de pont exposés aux agents de déverglaçage et surfaces de bétons verticales directement exposées aux projections d'agents de déverglaçage et au gel. Zones des structures marines soumises aux projections et exposées au gel.

Figure A. 3 Classes d'exposition selon la NF EN 206-1

La troisième colonne de ce tableau est indicative, par ailleurs la norme NF EN 206-1/CN/NA.4.1./figure NA.2 est moins contraignante que la deuxième colonne de la Figure A. 3. Par exemple, XF1 est une classe correspondante à une saturation modérée en eau, sans agent de déverglaçage dans la Figure A. 3, ce qui n'est pas le cas dans la Figure A. 4 où l'intensité de salage peut être peu fréquente.

Le Tableau NA.1 de la norme NF EN 206-1/CN prend en compte des zones de gel et d'intensité de salage et complète les éléments portés en légende de la Figure NA.2 de la norme et se lit comme indiqué dans la Figure A. 4.

Salage	Gel	
	Faible ou Modéré	Sévère
Aucun ou peu fréquent	XF1	XF3
Fréquent ou très fréquent	XF2 <sup>(a)</sup>	XF4

<sup>(a)</sup> Pour un salage très fréquent, les chaussées et des éléments d'ouvrages d'art très exposés seront classés en XF4

Figure A. 4 Classe d'exposition selon la NF EN 206-1/CN Tableau NA.1

Le fascicule 65 du CCTG de 2008 actuellement en cours de révision, impose les classes d'exposition telles que définies dans la Figure A. 5. Elles sont en correspondance avec la Figure A. 4 à l'exception de l'ajout de la classe XD3 pour une zone de gel modérée et un salage fréquent, ce qui a des conséquences sur la partie prescriptive du béton.

Salage	Zone de gel	
	Modéré	Sévère
Peu fréquent	XF1	XF3
Fréquent	XD3 + XF2(*)	XF4
Très fréquent	XF4	XF4

(\*) Éléments saturés en eau et directement exposés au salage

Figure A. 5 Classe d'exposition selon le fascicule 65

L'absence de la prise en compte du niveau de saturation en eau dans la Figure A. 4 et la Figure A. 5 ne permet pas de finaliser directement le classement des parties d'ouvrage. Cette difficulté de positionnement dans les classes d'exposition provient essentiellement de l'absence de précision sur le niveau de saturation dans les tableaux à double entrée gel/salage. Ce classement nécessiterait un tableau complet à trois entrées gel/salage/saturation.

D'autres tableaux de classement sont disponibles sur le site Internet de l'École Française du Béton. Ils sont repris dans [Recommandations durabilité, 2010] et classent directement les parties d'ouvrages. Ces tableaux interprètent le positionnement de la partie d'ouvrage considérée par rapport au risque d'être exposé à un environnement plus sévère au cours de la vie de l'ouvrage. On notera toutefois que le tableau XIV concerne le gel faible ou modéré, ce qui introduit une ambiguïté sur le classement final.

### ❖ SPECIFICATIONS DES BETONS EN FONCTION DE LA CLASSE D'EXPOSITION

Les ouvrages de référence pour la spécification des bétons en classe d'exposition XF1 à XF4 sont la NF EN 206-1/CN, le fascicule 65, les [Recommandations gel, 2003] et [Recommandations durabilité, 2010].

Les documents cités établissent une différence entre les deux points suivants :

- La classe d'exposition, et pour le gel : XF1 à XF4,
- Les spécifications relatives à la résistance du béton : G (gel), G+S (gel en présence de sels) selon [Recommandations gel, 2003].

L'organisation du référentiel technique rend indispensable la contractualisation de la classe d'exposition à la spécification du béton. Habituellement pour les ouvrages d'art on adopte les correspondances suivantes :

- classe d'exposition XF3 et spécifications du béton G,
- classe d'exposition XF4 et spécifications du béton G+S.

	Béton G (classe XF3)	Béton G+S (classe XF4)	
Nature du ciment (Classe 42.5 ou 52.5)	CEM I ou CEM/II A ou B sauf W ou CEM III/A ou B(*)	CEM I PM ou ES CEM II/A (S, D) PM ou ES	
Dosage	385 kg/m <sup>3</sup> ou 350 kg/m <sup>3</sup> (**)	385 kg ou 370 kg/m <sup>3</sup> (**)	
Fc28	≥ 30 MPa	≥ 35 MPa	
Épreuve d'étude et convenance (**)	L <sub>barre</sub> ≤ 250 μm ou L <sub>barre</sub> ≤ 300 μm (**) ou L <sub>barre</sub> ≤ L <sub>crit</sub> (***)	L <sub>barre</sub> ≤ 200 μm ou L <sub>barre</sub> ≤ 250 μm (**) ou L <sub>barre</sub> ≤ L <sub>crit</sub> (***)	Ec ≤ 600 g/m <sup>2</sup>
Épreuve de contrôle (**)	L <sub>barre</sub> ≤ 300 μm ou L <sub>barre</sub> ≤ 400 μm (**) ou L <sub>barre</sub> ≤ L <sub>crit</sub> (***)	L <sub>barre</sub> ≤ 250 μm ou L <sub>barre</sub> ≤ 350 μm (**) ou L <sub>barre</sub> ≤ L <sub>crit</sub> (***)	Ec ≤ 750 g/m <sup>2</sup>

(\*) possibilité offerte dans le cadre de l'application des [Recommandations durabilité, 2010]

(\*\*) critère nécessitant une validation par essai de performance NF P 18-424 ou NF P 18-425 selon le niveau de saturation avec les seuils d'acceptation suivants :

- en épreuve de contrôle.  $\Delta\varepsilon \leq 400 \mu\text{m/m}$  et  $f^2/f_0^2 \geq 75\%$
- en épreuve de convenance  $\Delta\varepsilon \leq 500 \mu\text{m/m}$  et  $f^2/f_0^2 \geq 60\%$

(\*\*\*) dans le cadre de l'application de [Recommandations gel 2003]

(\*\*\*\*) Le  $L_{crit}$  est établi en phase d'étude ou de convenance, sur la base d'une étude paramétrique variant généralement sur l'agent entraîneur d'air (voir Figure 1.37)

Figure A. 6 Spécification des bétons selon [Recommandation gel, 2003], le fascicule 65 du CCTG et [Recommandations durabilité, 2010]

Les [Recommandations gel, 2003] proposent une approche hybride, c'est-à-dire en partie prescriptive et performantielle.

La partie prescriptive concerne essentiellement des limites sur les constituants et la formulation. Certaines limites prescriptives comme le dosage en ciment sont associées à des essais performantiels sous certaines valeurs. Un entraîneur d'air est obligatoire et un plastifiant réducteur d'eau est conseillé.

Les [Recommandations gel, 2003], complétés par la norme NF P 18-545, apportent des prescriptions sur les granulats :

- équivalent de sable sur la fraction 0/2 (NF EN 933-8) :  $ES \geq 65$ ,
- essai de friabilité des sables (NF P 18-576) :  $FS \leq 40$ ,
- pour les gravillons une absorption d'eau (NF EN 1097-6)  $WA \leq 1\%$  ou une sensibilité au gel (NF EN 1367-1) F2.



## Annexe 2

# MATERIEL D'ANALYSE D'IMAGE

Le matériel d'essai est disposé dans une chambre noire afin de maîtriser l'éclairage de l'échantillon lors des acquisitions. Cette pièce est tempérée pour limiter les défauts de déplacement de la platine.

### Platine et potence motorisées programmables

La platine permet la manipulation d'échantillons d'une masse maximale de 10 kg avec un pas de déplacement (x, y) de 0,02 mm. La potence de gestion de la distance focale présente un pas de déplacement (z) de 0,35 mm. Les déplacements sont motorisés par commande manuelle (joysticks) ou par programmation.



### Loupe binoculaire

Marque : Zeiss – SteREO Discovery, V12 – Stéréomicroscope.

Chariot porte objectif S pour canal droit ou gauche et travail stéréoscopique en alternance.

### Éclairage

Source de lumière froide – KL 2500 LCD SCHOTT et équipement complémentaire pour éclairage rasant et éclairage incident.

Figure A. 7 Matériel d'acquisition d'image

### Caméra

Sony DFW-sx910. CCD-1280x960  
YUV(4:2:2)

### Poste de commande

Ordinateur de type PC, équipé de deux écrans

Logiciel de traitement d'image : Noesis Visilog 6.8 Xpert



Figure A. 8 Poste de commande (joysticks, clavier et écrans)

## Annexe 3

# PREPARATION DES CORPS D'EPREUVE POUR L'ACQUISITION D'IMAGE

### ❖ DECOUPE DES PLAQUES D'ESSAIS

Les deux normes d'essais ne présentent pas les mêmes spécifications sur le prélèvement des corps d'épreuve dans le béton durci. Une dimension de corps d'épreuve de 100x100 mm<sup>2</sup> permet de vérifier les exigences des normes. Par contre, le mode de prélèvement ne peut couvrir l'ensemble des spécifications.

#### Exigence des normes

La Figure A. 9 schématise les deux différents modes de prélèvement. La norme NF EN 480-11 autorise les prélèvements sur cylindre 16x32 ou sur cube de 150 mm de côté. Par contre, la norme ASTM C457 impose un prélèvement dans une éprouvette 16x32. En pratique, il est couramment admis de réaliser un prélèvement dans un cube de 150 mm de côté. Les raisons de cette tolérance sont liées à la fabrication des cubes pour les essais d'écaillage et à la possibilité de réaliser l'ensemble des tests sur la même éprouvette. Dans ce dernier cas, la mise en place du béton est réalisée à la table vibrante.

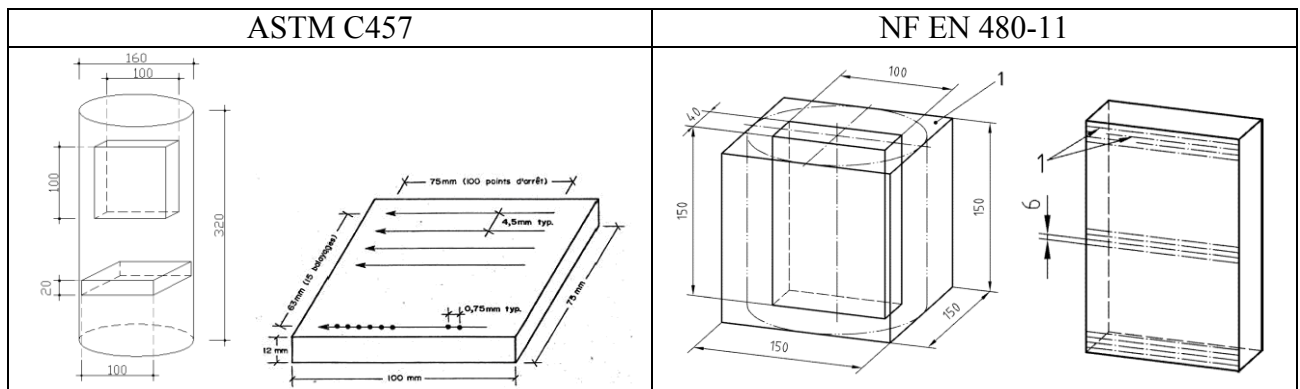


Figure A. 9 Prélèvement des corps d'épreuve et implantation des lignes transversales

La norme ASTM C457 spécifie 2 plaques d'une dimension de 100x75 mm<sup>2</sup> pour traiter 1500 points par plaque sur un linéaire total de 1125 mm par plaque (15 lignes d'une longueur de 75 mm espacées de 4,5 mm). Une de ces deux plaques est prélevée verticalement dans le cylindre, la seconde horizontalement. Pour plus de facilité, la dimension des plaques est de 100x100 mm<sup>2</sup>.

La norme NF EN 480-11 spécifie le prélèvement vertical d'une plaque de dimensions 150x100 mm<sup>2</sup> pour traiter un linéaire minimal de 1200 mm avec un espacement des lignes de 6 mm positionnées en partie haute, centrale et basse du corps d'épreuve.

#### Méthode de prélèvement retenue

Le prélèvement d'une plaque de dimensions 150x100 mm<sup>2</sup> n'a pas été retenu pour cette étude car il ne permet pas d'obtenir un niveau de qualité de polissage suffisant pour réaliser des acquisitions d'images à fort grossissement sur une surface aussi étendue. La surface de 2 plaques 100x100 mm<sup>2</sup>

permet de respecter le positionnement des lignes (répartition dans l'éprouvette et espacement), pour les deux normes. Dans le cas d'un prélèvement dans des cubes de 150 mm de côté, les plaques sont prélevées parallèlement à la face talochée au cœur de l'éprouvette. Pour une éprouvette 16x32 les deux 2 plaques sont prélevées verticalement.

Les corps d'épreuve de cette étude sont donc issus de prélèvement d'éprouvettes 16x32 ou de cubes de 150 mm de côté. Afin de respecter les contraintes générales des deux normes, deux plaques 100x100 mm<sup>2</sup> sont prélevées pour réaliser les deux types d'essais.



Figure A. 10 Gabarit de découpe d'une plaque de 2 cm d'épaisseur

Pour améliorer les opérations de découpe au banc de sciage, un gabarit de découpe des cylindres 16x32 a été créé. La plaque issue de la découpe présente un parallélisme correct des deux faces avec une épaisseur constante de 20 mm. Cela permet de réaliser le polissage et l'acquisition dans de meilleures conditions.



Figure A. 11 Découpe des plaques d'essai dans un cylindre 16x32

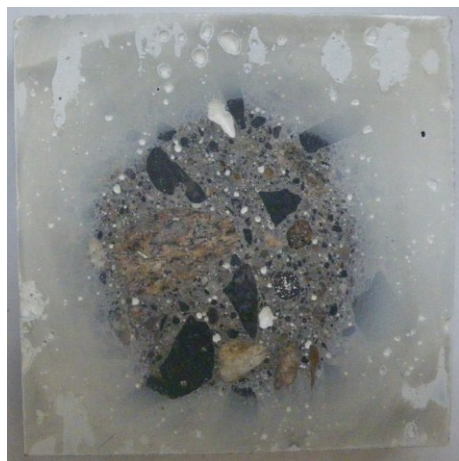
## ❖ POLISSAGE DES CORPS D'ÉPREUVE

Les deux normes ne précisent aucune spécification quant à la procédure de polissage ou le niveau de qualité de surface avant traitement. Cependant, cette partie de la préparation est primordiale car un polissage inadapté ou incorrect influence directement le résultat, que le traitement soit réalisé par opérateur manuel ou par analyse d'image.

Lors d'un traitement par analyse d'image, il est vain d'améliorer artificiellement une image acquise afin d'appliquer des traitements complexes (filtres de formes, convolutions, etc.). Aussi, le polissage doit être d'une qualité suffisante pour permettre l'acquisition d'une image de bonne qualité.

Le prix et la durée de polissage des échantillons doivent rester du même ordre de grandeur que ceux pratiqués actuellement pour ces essais. Le rodage par poudre abrasive est une technique courante et peu coûteuse qui permet d'obtenir d'excellents résultats. Le carbure de silicium (SiC) sur plateau lisse est employé jusqu'à un diamètre de grain de 3 mm, puis l'alumine ( $\phi = 3$  à 1 mm) est utilisée sur un « textile » mi-dur<sup>13</sup>.

### Planéité globale de la surface



**Figure A. 12** Défaut de planéité d'une plaque peinte en blanc puis polie

La grande dimension des plaques impose l'emploi d'une polisseuse avec un plateau  $\phi=300$  mm. Les polissages manuels sont à proscrire en raison du défaut de planéité générale.

Ce défaut de planéité est illustré dans la Figure A. 12 : cette plaque a été polie manuellement, puis un film de peinture a été appliqué avant de polir à l'aide d'un bras automatisé.

L'apparition du béton au centre de la plaque indique une géométrie globale du polissage manuel « bombée ». Ce défaut de planéité générale s'explique par la difficulté de l'opérateur à combiner un effort vertical constant, avec un déplacement latéral et une rotation sur le plateau.

La différence de côte altimétrique de la surface de cette plaque est supérieure à une dizaine de microns.

La polisseuse utilisée pour cette étude est munie d'un bras automatisé de polissage des plaques. Le bras et le bloc support de la plaque assurent une pression constante et homogène (poids du bloc de maintien de 5 kg) du corps d'épreuve sur le plateau. Une minuterie, associée au fonctionnement du bras et à la rotation du plateau, facilite le respect de la procédure établie.

<sup>13</sup> Un disque magnétique est positionnée sur un plateau lisse, sa surface est recouverte d'un « textile » tissé satin de fibres naturelles employé pour la pré-finition et finition de matériaux durs avec emploi de suspensions d'un diamètre de  $1/10^{\text{ème}}$  à 15 microns.



**Figure A. 13 Polisseuse à plateau  $\phi = 300$  mm (à gauche : polissage manuel, à droite : bras automatique)**  
Cet équipement utilisé par un opérateur expérimenté permet d'obtenir un niveau de polissage constant et répétable.

### **Planéité locale, arrachements**

L'état de surface local présente des aspérités dans la pâte dont la profondeur doit être limitée. La planéité générale de la plaque est assurée par un enchaînement de phases de polissage avec des diamètres de grain de plus en plus faibles. Les arrachements de pâte ou granulats, les défauts aux interfaces pâte-granat ou pâte-bulle sont évités par des durées de polissage et une vitesse de plateau résultant d'un compromis :

- une vitesse de rotation du plateau adaptée : faible elle est inefficace, élevée elle peut « brûler » la surface,
- la durée doit être suffisante pour obtenir un niveau d'aspérité de l'ordre de grandeur de la dimension du grain, mais pas excessive pour éviter l'apparition d'arrachements locaux (pâte aux abords des granulats, voire granulats de faible dimension) et d'un creusement général des parties tendres (pâte).

La procédure appliquée avant démarrage de cette étude est détaillée dans la Figure A. 14. Il s'agit d'un rodage au carbure de silicium d'une surface spécifique de 120 m<sup>2</sup>/g (gros grain) à 1000 m<sup>2</sup>/g (petit grain) à une vitesse de 300 tours/min.

Carbure de silicium ( $\alpha$ en m <sup>2</sup> /g)		120	400	600	1000
Durée de polissage	$d$ (min)	4	3	3	3
Vitesse du plateau	$V$ (tours/min)	300	300	300	300

**Figure A. 14 Procédure de polissage appliquée avant l'étude**

La vitesse du plateau a été réduite à 150 tours/min pour le rodage au carbure de silicium en raison des expériences présentées dans [Hornain, 2007]. Le polissage au grain 120 permet d'obtenir une planéité générale correcte de la plaque. Sa durée minimale de 4 min peut être augmentée pour obtenir la suppression totale des traits de sciage. Les durées de polissage et les vitesses de rotation du plateau ont été testées avec du carbure de silicium au-delà du grain 120 m<sup>2</sup>/g (voir Figure A. 15).

L'observation des plaques après chaque étape de polissage a permis d'établir les conclusions suivantes :

- une vitesse inférieure à 150 tours/min procure un polissage insuffisant malgré l'augmentation de la durée de polissage,
- l'augmentation de la durée de polissage améliore sensiblement le polissage mais, au-delà de 4 min, un creusement des pâtes tendre peut apparaître,
- une étape finale de polissage au grain 1200 m<sup>2</sup>/g apporte une amélioration sensible pour la qualité des images acquises.

Carbure de silicium ( $\alpha$ en m <sup>2</sup> /g)		120	400	600	1000	1200
<i>Référence</i>	<i>d (min)</i>	4	3	3	3	-
	<i>V (tours/min)</i>	150	150	150	150	-
<i>Grain carbure 1200</i>	<i>d (min)</i>	4	3	3	3	3
	<i>V (tours/min)</i>	150	150	150	150	150
<i>Augmentation de durée</i>	<i>d (min)</i>	4	5	5	6	6
	<i>V (tours/min)</i>	150	150	150	150	150
<i>Diminution de vitesse</i>	<i>d (min)</i>	4	3	3	3	3
	<i>V (tours/min)</i>	150	130	120	110	100
<i>Combinaison</i>	<i>d (min)</i>	4	5	5	6	6
	<i>V (tours/min)</i>	150	130	120	110	100

Figure A. 15 Procédure de polissages testées

L'interprétation des défauts générés par le polissage, lors d'un comptage par points, va dépendre de l'expérience de l'opérateur, des règles qu'il s'est fixées pour ces cas particuliers et qu'il utilise à chaque comptage. En cas de défauts trop importants, l'opérateur peut décider de reprendre tout ou partie du polissage.

Lors de l'utilisation d'une méthode d'analyse d'image automatisée : il n'y a pas d'évaluation des défauts de polissage présents sur la plaque en cours d'acquisition. Si le polissage comporte des défauts ou des inégalités locales, ils seront intégrés à la mesure. Le polissage doit donc présenter un niveau de qualité connu et répétable. Un complément de polissage a été réalisé avec de l'alumine A ( $\phi = 2 \mu\text{m}$ ) pour les essais de cette étude, le plateau étant équipé d'un textile mi-dur.

Sauf spécification particulière, le polissage de l'ensemble des corps d'épreuve de cette étude a été réalisé comme indiqué dans la Figure A. 16.

		Carbure de silicium ( $\alpha$ en m <sup>2</sup> /g)					Alumine
		120	400	600	1000	1200	A (2 $\mu\text{m}$ )
<i>Procédure essais croisés</i>	<i>d (min)</i>	3	4	4	4	5	5
	<i>V (tours/m)</i>	150	150	150	150	150	100

Figure A. 16 Procédure de polissage retenue pour l'étude

La durée totale de préparation d'une plaque est donc de 40 à 45 min en intégrant toutes les étapes de montage et de démontage du matériel, et un nettoyage soigné (plaque, plateau et polisseuse), face à 30 min pour la procédure initiale.

Il est possible de compléter cette procédure avec un polissage à l'alumine de type A1 ( $\phi = 1 \text{ mm}$ ) voire A2 ( $\phi = 0,3 \text{ mm}$ ). Cependant, cela impose deux étapes supplémentaires avec l'utilisation de disques magnétiques à revêtement textile différent et cela porterait la durée de préparation d'une plaque à près d'une heure, ce qui rend ces compléments de préparation prohibitifs pour ce type d'essai.

## ❖ PRÉPARATION DES PLAQUES POUR LA DÉTECTION DES VIDES D'AIR PAR ANALYSE D'IMAGE

Le rapport [Mallet & al., 2007] présente des essais comparatifs réalisés avec un éclairage rasant et détection de l'ombre portée des bulles d'air ou un éclairage incident avec détection de l'alumine préalablement appliquée pour combler les bulles d'air. L'éclairage incident présente une meilleure reproductibilité. Cependant, il ne permet pas de détecter les reliefs (pas d'ombre portée). Il est donc nécessaire de combler les bulles pour les identifier.

### Coloration du réseau de bulles d'air par de la peinture ou de l'encre

La méthode consiste à appliquer une peinture ou une encre sur la plaque en fin de polissage, puis re-polir pour supprimer la coloration de la surface plane. Différents types de peintures et d'encres ont été testées (voir Figure A. 12, Figure A. 17 et Figure A. 18). Cependant :

- une mouillabilité trop faible de la peinture (type résine époxy) ne comble pas l'ensemble des bulles, surtout pour les faibles diamètres,
- une mouillabilité plus importante (type peinture acrylique ou encre à l'alcool) remplit l'ensemble des bulles d'air mais ne permet pas de supprimer la totalité de la coloration sur les parties planes avec un repolissage (pénétration dans les réseaux poreux de la pâte cimentaire).

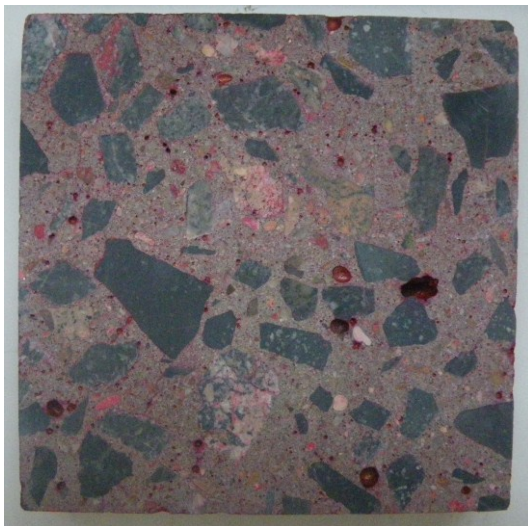


Figure A. 17 Coloration à la peinture acrylique rouge



Figure A. 18 Coloration à l'encre à alcool noire

Cette méthode est attrayante pour réaliser un traitement par analyse d'image : choix colorimétrique, fort contraste et différence d'intensité possibles. Elle n'a pas été retenue car, soit elle ne permet pas de combler l'ensemble des vides d'air, soit elle colore la pâte alors identifiée comme un vide d'air lors du traitement par analyse d'image.

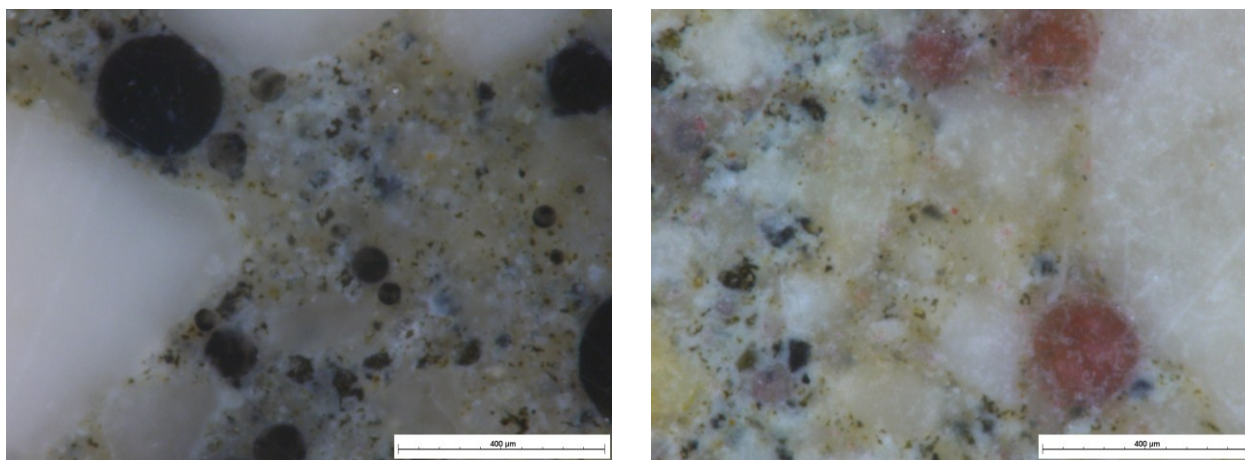
### Imprégnation à la résine

Cette technique est généralement appliquée sur des échantillons de plus faible dimension. Elle a été testée sur deux échantillons de 30x30 mm<sup>2</sup> issus d'une même plaque polie de dimension initiale 100x100 mm<sup>2</sup>.



Figure A. 19 Échantillons imprégnés à la résine colorée

Le polissage initial (avant application de la résine) doit être de qualité supérieure pour éviter d'observer de nombreuses aspérités comblées par de la résine comme en présentent les images de détails de la Figure A. 20.



**Figure A. 20 Acquisition d'échantillons imprégnés de résine sous éclairage incident colorée en noir (gauche) et rouge (droite)**

La partie de l'échantillon dont la résine est colorée en rouge présente une faible coloration pour les vides de dimension inférieure à 100 µm. La comparaison des deux images de détail indique clairement qu'un grand nombre de granulats et d'éléments de faible dimension ne sont plus dissociables de la coloration à la résine noire.

Cette technique ne permet pas, lors de l'acquisition, l'emploi d'un éclairage incident (reflet de la résine polie trop important).

### **Coloration à l'alumine**

La norme NF EN 480-11 préconise l'emploi d'alumine pour combler le réseau de bulles d'air. La difficulté de cette méthode est d'appliquer l'alumine puis de nettoyer la surface pour supprimer l'alumine surabondante. Une autre difficulté est liée à la variation d'intensité colorimétrique de l'alumine en fonction de son épaisseur.



**Figure A. 21 Plaque polie et aluminée**



**Figure A. 22 Plaque polie, encrée et aluminée**



Le contraste entre l'alumine et le reste de la plaque peut être amélioré par l'application préalable d'une encre à alcool noire, comme l'indiquent la Figure A. 21 et la Figure A. 22. Les échantillons testés dans cette étude ont été polis puis aluminés. A des fins de comparaisons, 3 plaques ont ensuite été encrées puis aluminées.

On a relevé les principaux défauts suivants sur la préparation des corps d'épreuve :

- la présence d'alumine sur la surface plane ou entre des granulats assez proches (mauvais nettoyage après application),
- des défauts de remplissage des bulles (mauvaise application ou nettoyage trop poussé).

L'application de l'alumine sur une même plaque par différents opérateurs montre des différences notables de résultats sur l'identification du réseau de bulles d'air. On note par ailleurs que cette méthode révèle de manière identique les bulles d'air et les porosités incluses dans les granulats.

### ❖ ACQUISITION DES IMAGES

La qualité de l'acquisition est primordiale pour pouvoir automatiser le traitement par analyse d'image. La norme NF EN 480-11 spécifie un grossissement x100 pour le microscope ou la loupe binoculaire, mais pas de critère sur l'image acquise qui doit avoir « une résolution suffisante pour permettre une classification par classes des cordes ».

Le paragraphe ci-dessous précise la définition<sup>14</sup> et la résolution<sup>15</sup> des images retenues dans cette étude. Le cadre général des acquisitions est le suivant :

- définition des images : 1260x980,
- espace colorimétrique : intensité de 256 niveaux de gris,
- grossissement optique de la loupe binoculaire : x10,
- grossissement numérique : variable de x0,8 à x10,
- éclairage annulaire incident<sup>16</sup>.

La reconstitution d'image mosaïque est réalisée par programmation interne (pas de fondu, ni de lissage ou de recouvrement des bords). La limite de taille des images est fixée par les capacités de traitement informatique.

#### **Gabarit d'acquisition**

Le défaut d'horizontalité des plaques génère des défauts de focale sur certaine zone de l'image mais surtout une distorsion de la réalité (image rectangulaire d'une réalité trapézoïdale).

De fait, le recollement des images lors d'une reconstruction est difficile voire impossible à réaliser. L'outillage pour remédier à ce problème lors du comptage manuel est la mise sous presse de la surface à acquérir sur une plaque métallique parallèle au socle de la presse. On positionne de pâte à modeler entre la plaque amovible préalablement positionnée sur le socle de presse et le corps d'épreuve. La pâte à modeler permettant de compenser le défaut de parallélisme des deux faces du corps d'épreuve. Ce dispositif (cf. Figure A. 23) améliore l'horizontalité de la surface mais pas de manière suffisante pour une utilisation en analyse d'image.

<sup>14</sup> La définition d'une image matricielle correspond au nombre de pixels composants une image.

<sup>15</sup> La résolution d'une image est définie par un nombre de pixels par unité de longueur de l'élément à numériser. Un paramètre équivalent est l'expression des dimensions (hauteur x largeur) que représente un pixel.

<sup>16</sup> L'éclairage est composé de diodes électro-luminescentes disposées sur un support annulaire fixé autour de l'optique du microscope. Il génère un éclairage incident (à 90° par rapport à la surface à acquérir) ce qui permet d'obtenir un éclairage sans ombre portée.

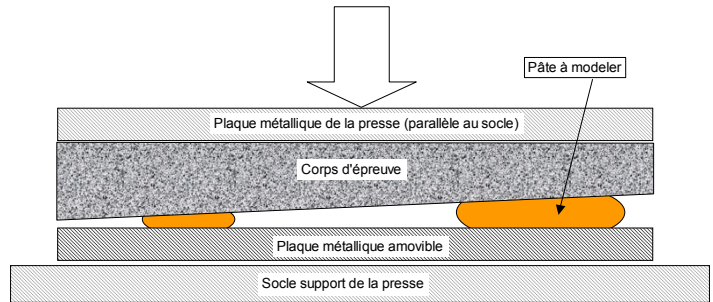


Figure A. 23 Mise sous presse d'une plaque pour le comptage manuel

Un gabarit d'acquisition a été créé pour assurer une bonne horizontalité des plaques sur la platine d'acquisition. Le principe est de générer des appuis négatifs de cote constante sur lesquels s'appuie la surface à acquérir.

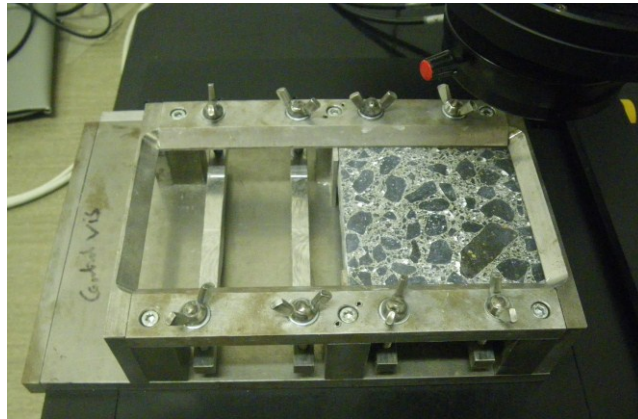


Figure A. 24 Gabarit d'acquisition pour l'acquisition d'image numérique

Une mesure de la distance focale est indirectement réalisée à l'aide de l'autofocus du système d'acquisition. Ces distances nous permettent d'évaluer la planéité de la plaque à partir de 5 mesures positionnées aux 4 angles et au centre de chaque plaque. Le défaut de planéité exprimé est l'écart maximal par rapport à la cote moyenne de la plaque.

Les mesures réalisées sur différentes préparations de plaques ont permis d'évaluer l'efficacité du polissage par rapport à la planéité globale. Pour la préparation retenue, un défaut altimétrique maximal de 2,5  $\mu\text{m}$  est obtenu sur l'ensemble des plaques préparées.

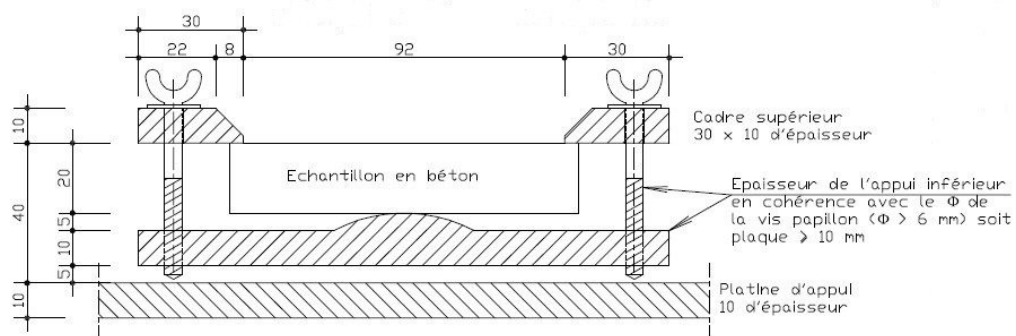


Figure A. 25 Gabarit d'acquisition pour l'acquisition d'image numérique – principe de l'appui négatif

### **Acquisition des images pour l'estimation de la surface de pâte**

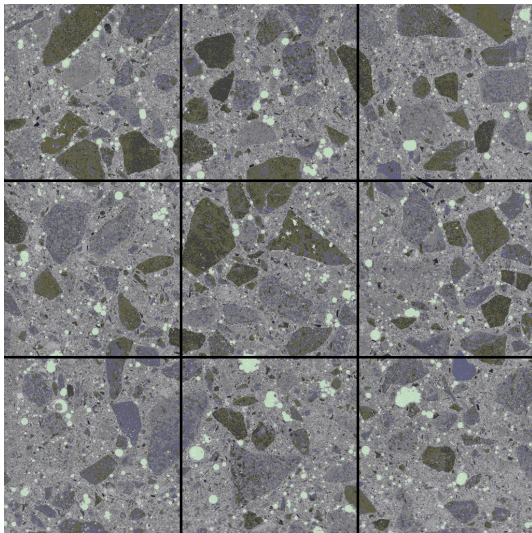
La surface élémentaire représentative doit être supérieure à 3 fois le plus gros élément contenu dans le matériau. La surface d'acquisition de 90x90 mm<sup>2</sup> issue de la norme ASTM C457 respecte ce critère. Elle a été retenue pour réaliser ces acquisitions.

Un grossissement numérique x2 associé au paramétrage de base est retenu. Soit un grossissement total x20. Les caractéristiques de l'image acquise sont donc les suivantes :

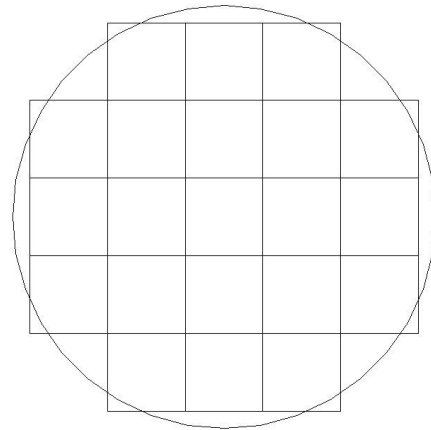
- dimension de l'objet 90x90 μm<sup>2</sup>
- définition de l'image totale 19373x19373 pixels<sup>2</sup>
- résolution 1 pixel = 4,57 μm<sup>2</sup>

Ce paramétrage permet d'identifier un objet d'une dimension caractéristique de 15 μm (représenté par environ 3 pixels) et d'une largeur d'environ 5 μm (un pixel) pour la pâte.

L'emploi de fonctions complexes en analyse d'image (convolutions, filtres, etc.) ont nécessité le découpage de la mosaïque en 9 images élémentaires (cf. Figure A. 26).



**Figure A. 26** Mosaïque x20 et 9 images élémentaires pour évaluation de la surface de pâte



**Figure A. 27** Pixelisation d'un disque

### **Acquisition pour la détection du réseau de bulles d'air**

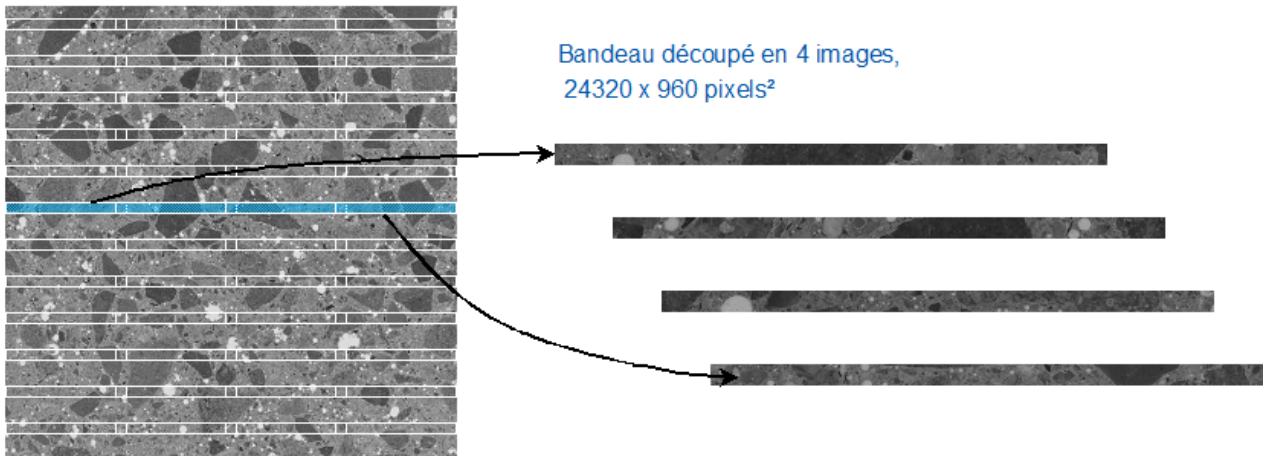
Un grossissement numérique maximal de x10, soit un grossissement total x100, associé à une définition d'image d'acquisition de 1260x980, ce qui correspond à une résolution de 1 pixel = 0,918 mm<sup>2</sup>.

Une bulle d'air de  $\phi = 5 \mu\text{m}$  est représentée par une agglomération minimale de 21 pixels comme représenté dans la Figure A. 27.

Le pixel étant la résolution de la mesure, la méthode respecte la norme NF EN 480-11 qui spécifie une incertitude de  $\pm 5 \mu\text{m}$  sur la mesure des cordes.

L'acquisition de 14 bandeaux de 0,88x89,30 mm<sup>2</sup> espacés de 6 mm permet d'analyser un linéaire supérieur à 1250 mm par plaque (voir implantation sur la Figure A. 28). Pour réaliser la segmentation par seuillage, les capacités informatiques actuelles de notre matériel nous imposent de recouper ces bandeaux en 4 images d'une dimension de 960x24320 pixels<sup>2</sup>.

14 bandeaux 0,8x90 mm<sup>2</sup>  
Résolution 1 pixel = 0,918 mm<sup>2</sup>



Bandeau découpé en 4 images,  
24320 x 960 pixels<sup>2</sup>

**Figure A. 28** Implantation des 14 bandeaux d'acquisition au x100 et découpe en 4 images de 960x24320 pixels<sup>2</sup> pour la détection des bulles d'air



# Annexe 4

## SURFACE DE PATE THEORIQUE / MESUREE

L'exemple est réalisé avec la formule de béton B1 dont les fiches techniques produits sont présentées en Annexe 6 et la formule est reportée dans le tableau de la Figure A. 29.

Le tableau de la Figure A. 29 regroupe les informations provenant des fiches techniques produits et les teneurs en eau des granulats qui ont permis de déterminer la quantité d'eau d'apport et de réaliser la fabrication d'une gâchée de la formule B1. Ce tableau permet d'évaluer la valeur théorique de la masse volumique, en prenant en compte une proportion d'air occlus mesurée à 2,4% (cf. Figure 2.19, gâchée B1-1), qui est égale à 2,39 t/m<sup>3</sup>. La valeur mesurée en fin de fabrication est égale à 2,41 t/m<sup>3</sup> (cf. Figure 2.19, gâchée B1-1), ce qui cohérent avec résultat calculé.

Constituants	Poids (kg)	Masse volumique (t/m <sup>3</sup> )	volume (l)	coefficient absorption (%)	Extrait sec(%)	Teneur en eau (%)
0/4 R - Fromant	655	2,65	247	0,9		8,5
4/12,5 RL - Fromant	280	2,61	107	0,9		0,1
12,2/22,4 RL - Fromant	920	2,64	348	0,8		1,3
BB40	2,60	1,25	2		40	
Resivit	2,67	1,42	2		56	
Rési-air 200	0,35	1,01	0		3	
CEMI 52,5 PMES - Le Teil	350	3	117			
eau efficace	135	1,00	135			
Air occlus (1,9%)			23			
eau totale	151	1,00	151			
TOTAL	2346	2,39	982			

Figure A. 29 Détails des informations issues de la fabrication d'une gâchée de la formule B1

Ce tableau permet également de calculer la proportion de pâte cimentaire théorique dans le béton frais qui est de  $P_{\text{béton frais}} = 27\%$ .

Les résultats préalables connus sur la formule B1 (cf. Annexe 7) ont permis d'évaluer l'évolution de la proportion des trois phases (pâte cimentaire, granulats et air occlus) en fonction de la profondeur depuis la paroi coffrée fond de moule d'un corps d'épreuve (cube de 15 cm de côté). L'évolution de la proportion de pâte (cf. tableau de la Figure A. 47 et graphe de gauche de la Figure A. 48) présente quatre profondeurs remarquables depuis la surface coffrée :

- $h = 0,0$  mm,  $P_{h=0,0} = 100\%$  (valeur non mesurée, mais aucun granulat apparent),
- $h = 0,2$  mm,  $P_{h=0,2} = 50\%$ ,
- $h = 1,0$  mm,  $P_{h=1,0} = 35\%$ ,
- $h = 2,0$  mm,  $P_{h=2,0} = 21\%$ .

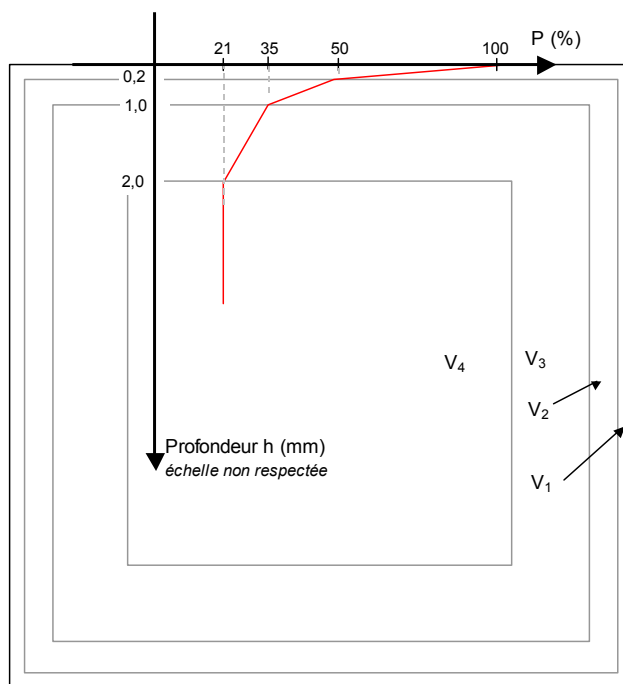
Les éprouvettes présentent une « peau » composée de pâte sur la surface extérieure (paroi coffrée ou surface libre avec l'absence visuelle de granulat). Il existe donc un gradient de répartition avec une quantité de pâte qui évolue de 100% sur la surface extérieure à une répartition homogène à

cœur du prélèvement. L'épaisseur sur laquelle règne ce gradient est indépendante de la forme de l'éprouvette. Elle est liée à l'arrangement granulaire à l'approche d'une paroi. Cette zone d'influence est égale à 2,00 mm dans le cas traité (cf. graphe de gauche de la Figure A. 48), ce qui correspond à la moitié de la valeur maximale du diamètre de la plus petite fraction granulaire (sable 0/4 mm).

Dans la zone d'influence de ce gradient, comprise entre 0,0 et 2,0 mm, une interpolation linéaire entre les proportions de pâte correspondantes aux profondeurs remarquables relevées ci-dessus est représentée dans la Figure A. 30. Cette courbe permet de calculer la quantité totale de pâte cimentaire contenue dans un cube de 15 cm de côté (en considérant les 6 faces affectées par le même gradient). Le volume total de pâte contenu dans le cube est égal à la somme des quantités de pâte cimentaire contenues dans  $V_1+V_2+V_3+V_4$  représentés dans la Figure A. 30. La quantité dé totale de pâte permet de calculer la proportion moyenne de pâte cimentaire et par inversion la quantité d'air contenue dans le cube qui est dans ce cas égale à 24%.

L'effet de paroi induit donc une chute de 3% entre la proportion de pâte moyenne contenue dans le corps d'épreuve qui est de 24% et la proportion de pâte dans la zone homogène au cœur du corps d'épreuve qui est mesurée égale à 21%.

Évolution de la proportion de pâte cimentaire P  
à proximité d'une paroi (coffrée lors de la fabrication) d'un cube de 15 cm de côté



	Volume en m <sup>3</sup>	Quantité de pâte cimentaire en m <sup>3</sup>
V <sub>1</sub>	1,3E-05	1,0E-05
V <sub>2</sub>	5,4E-05	2,3E-05
V <sub>3</sub>	1,111E-03	3,11E-04
V <sub>4</sub>	2,197E-03	4,61E-04
<b>TOTAL</b>	<b>3,375E-03</b>	<b>8,05E-04</b>

**Figure A. 30 Représentation de l'évolution de la proportion de pâte P en fonction de la profondeur dans un béton durci à proximité d'une paroi coffrée lors de la fabrication**

Les différentes proportions de pâtes (calculées et mesurées) sont donc les suivantes :

- calcul théorique depuis la formule (béton frais) : 27%,
- calcul de la proportion moyenne apportée dans un cube de 15 cm de côté (évaluation dans le béton durci) : 24%,
- mesure (comptage manuel du facteur d'espacement) à cœur d'un corps d'épreuve de 15 cm de côté : 21%.

La différence entre le calcul théorique de 27% issue de la formule de béton et la valeur obtenue dans le béton durci de 24% peut être due au prélèvement d'un échantillon de béton frais dans une zone contenant moins d'air occlus, à un défaut de stabilité de l'air occlus lors de la mise en œuvre et en particulier lors du compactage par vibration ou à l'évolution des propriétés du matériau lors de l'hydratation.

Les deux éléments suivants apportent des modifications sur l'évaluation de la proportion de pâte cimentaire contenue dans le béton :

- le prélèvement du béton frais pour fabriquer un corps d'épreuve de béton durci et la stabilité du réseau de bulles d'air préalablement à l'hydratation du béton,
- la répartition hétérogène de la quantité de pâte (et donc d'air contenu dans la pâte) au sein d'un corps d'épreuve, liée à l'effet de paroi.

Le réseau de bulles d'air caractérisé à cœur du corps d'épreuve ( $A = 1,9\%$  et  $a = 15,0 \text{ mm}^{-1}$ ) et reporté dans les différentes proportions de pâte cimentaire évaluées ci-dessus permet de calculer les facteurs d'espacement suivants :

- pour  $P = 27\%$ ,  $L_{\text{barre}} = 494 \text{ }\mu\text{m}$ ,
- pour  $P = 24\%$ ,  $L_{\text{barre}} = 469 \text{ }\mu\text{m}$ ,
- pour  $P = 21\%$ ,  $L_{\text{barre}} = 442 \text{ }\mu\text{m}$ ,

Les différences de résultats sont ainsi trop importantes pour utiliser une évaluation de la proportion de pâte cimentaire fraîche à partir de la formule théorique de fabrication du béton, dans le calcul du facteur d'espacement  $L_{\text{barre}}$  sur un corps d'épreuve de béton durci.





# Annexe 5

## ESSAI D'ECAILLAGE SELON LA NORME XP P 18-420

### ❖ PREPARATION DES ECHANTILLONS

#### Confection des éprouvettes :

- fabrication par lots de 4 cubes 15x15x15 (en cm) - vibration à la table vibrante,
- conservation pendant  $(24 \pm 2)$  h à  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

#### Étape 1 :

- conservation à  $\text{HR} \geq 95\%$  à  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$  pendant  $(14 \pm 1)$  j,
- au cours des 7 derniers jours, sciage des cubes en deux (cf. Figure A. 31) afin d'obtenir une face sciée et une face coffrée fond de moule sur l'éprouvette à tester.

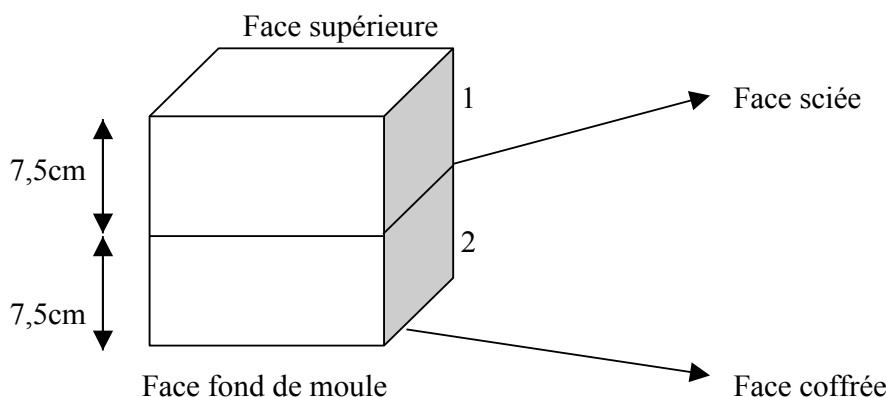


Figure A. 31 Préparation des corps d'épreuve - Sciage du cube de 15 cm de côté

#### Étape 2 :

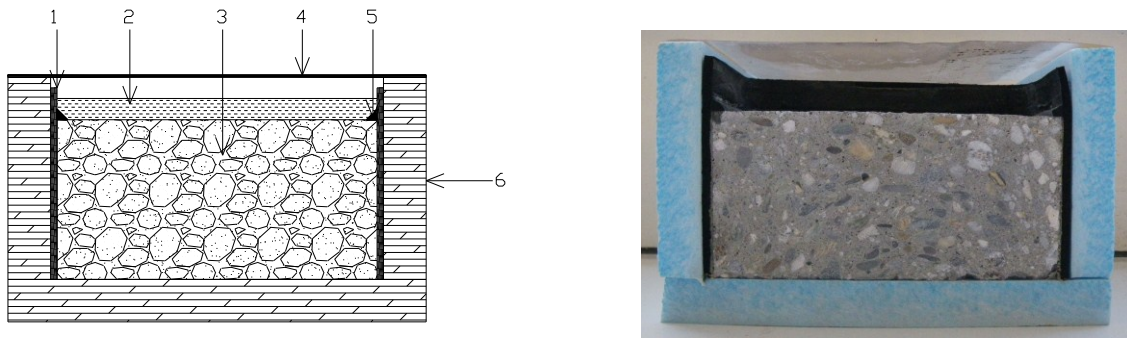
- conservation pendant  $(14 \pm 1)$  j à  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$  et à  $(65 \pm 5\%)$  HR,
- au cours des 3 derniers jours, collage d'un ruban de caoutchouc sur les faces verticales préalablement brossées puis réalisation d'un joint d'étanchéité,
- mesure de la surface soumise à l'essai à l'aide d'un pied à coulisse.

#### Étape 3 :

- ré-humidification des demi-cubes en recouvrant la surface d'essai d'une lame d'eau de 3 à 5 mm d'épaisseur (vérification de l'étanchéité du ruban et du joint),
- conservation pendant  $(72 \pm 4)$  h à  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

#### Étape 4 :

- remplacement de l'eau par une solution contenant 3% (à 30 g/L de NaCl),
- positionnement des éprouvettes à l'intérieur du dispositif isolant thermique (latéral et sous-face) et limitant l'évaporation de la solution saline (capot supérieur) illustré dans la Figure A. 32 et la Figure A. 33,
- les lots de 4 éprouvettes sont positionnés dans l'enceinte climatique dans un délai de 30 min (cf. Figure A. 34).



**Figure A. 32** Vue en coupe d'un corps d'épreuve

*Légende :*

- 1 : ruban de caoutchouc de 3 mm d'épaisseur et de 9 cm de largeur
- 2 : lame d'eau
- 3 : éprouvette 15x15x7,5 (en cm)
- 4 : film plastique
- 5 : mastic
- 6 : Polystyrène Extrudé Haute Densité de 2 cm d'épaisseur



**Figure A. 33** Illustration d'une éprouvette et de son capot isolant.



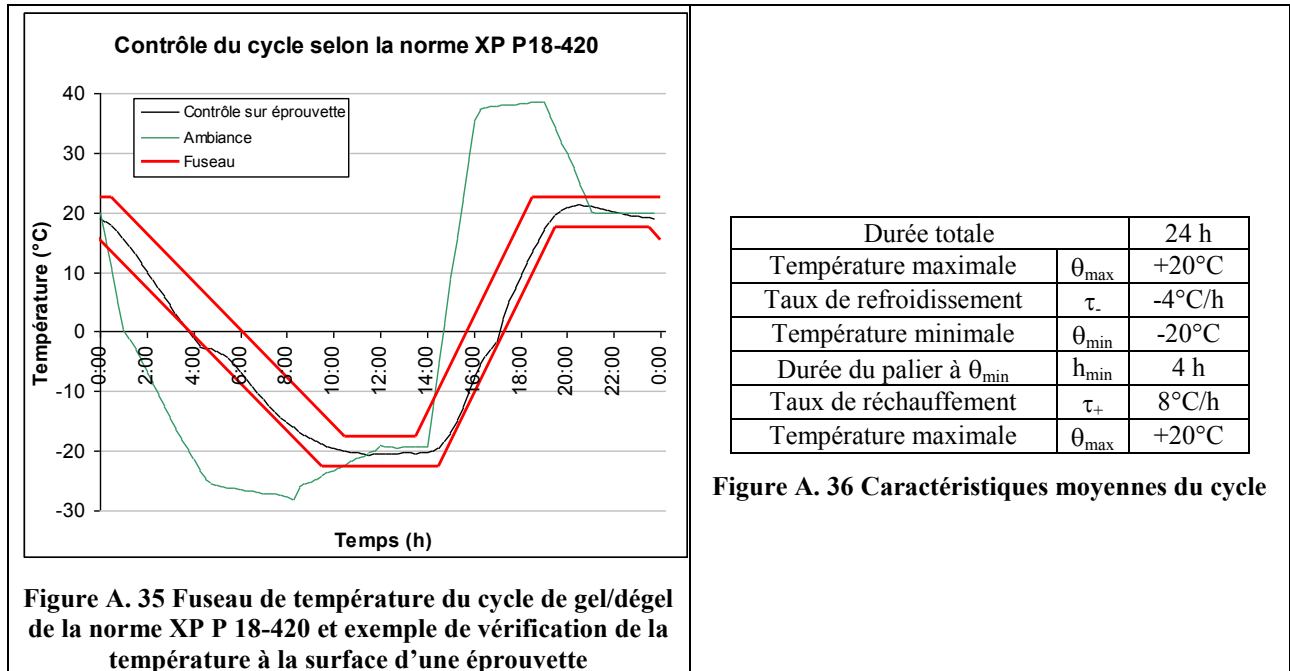
**Figure A. 34** Entrée en enceinte climatique des corps d'épreuve

## ❖ PROCEDURE D'ESSAIS

Les éprouvettes sont surmontées en permanence d'une lame de solution saline d'une épaisseur entre 3 mm et 5 mm. Cette épaisseur est maintenue constante au cours d'une série de 7 cycles.

### Définition des cycles de gel-dégel

Le contrôle de la température du cycle de température est réalisé à la surface d'un corps d'épreuve. Le résultat d'un contrôle à la surface d'un corps d'épreuve et du fuseau correspondant à la norme est présenté dans la Figure A. 35.



**Figure A. 36 Caractéristiques moyennes du cycle**

Nombres de cycles à réaliser pendant l'essai : 56 cycles consécutifs.

### Mesures : fréquence et nature

Tous les sept cycles et pendant la phase de dégel (température de l'interface supérieure à 15°C), on récupère dans un filtre les particules d'écaillage en lavant à l'eau et avec un brossage de la surface d'essai.

Après renouvellement de la solution saline, les éprouvettes sont replacées dans l'enceinte climatique en respectant le cycle (pendant le palier à  $(20 \pm 2,5)^{\circ}\text{C}$ ).

Les masses recueillies sont séchées à  $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$  puis pesées.

Le résultat d'écaillage pour une éprouvette s'exprime de la manière suivante :

$$M_e = (M_m / S_m) \times 10\,000 \text{ en g/m}^2$$

Où,

$M_e$  est la masse des particules d'écaillage par unité de surface ( $\text{g/m}^2$ )

$M_m$  est la masse des particules d'écaillage après séchage (g)

$S_m$  est la surface exposée à la solution ( $\text{cm}^2$ )

Le résultat d'un essai est constitué par la médiane des valeurs obtenues.

## ❖ ILLUSTRATION D'UN RESULTAT D'ESSAI

Cycles	Essai écaillage n°3177 (g/m <sup>2</sup> )				
	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6					
13					
20					
27					
34					
41					
48					
56					

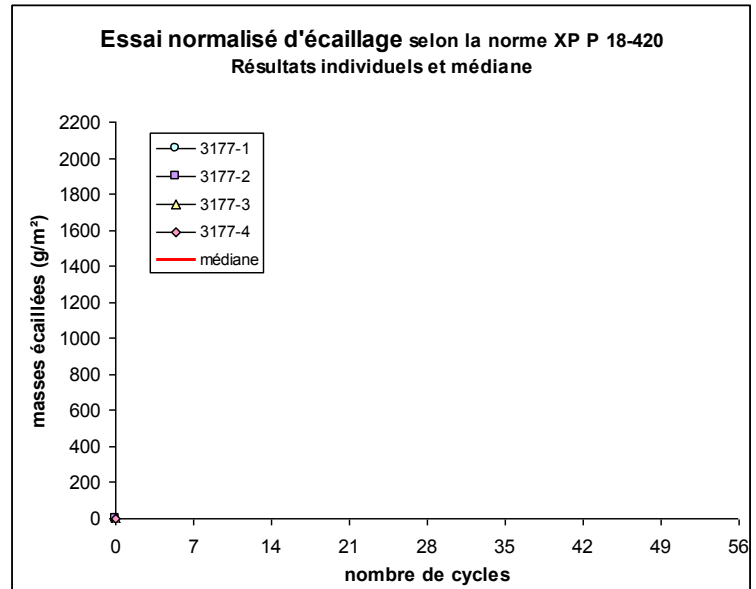


Figure A. 37 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 0 cycle

Essai écaillage n°3177 (g/m²)					
Cycles	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6	2	4	3	2	2
13					
20					
27					
34					
41					
48					
56					

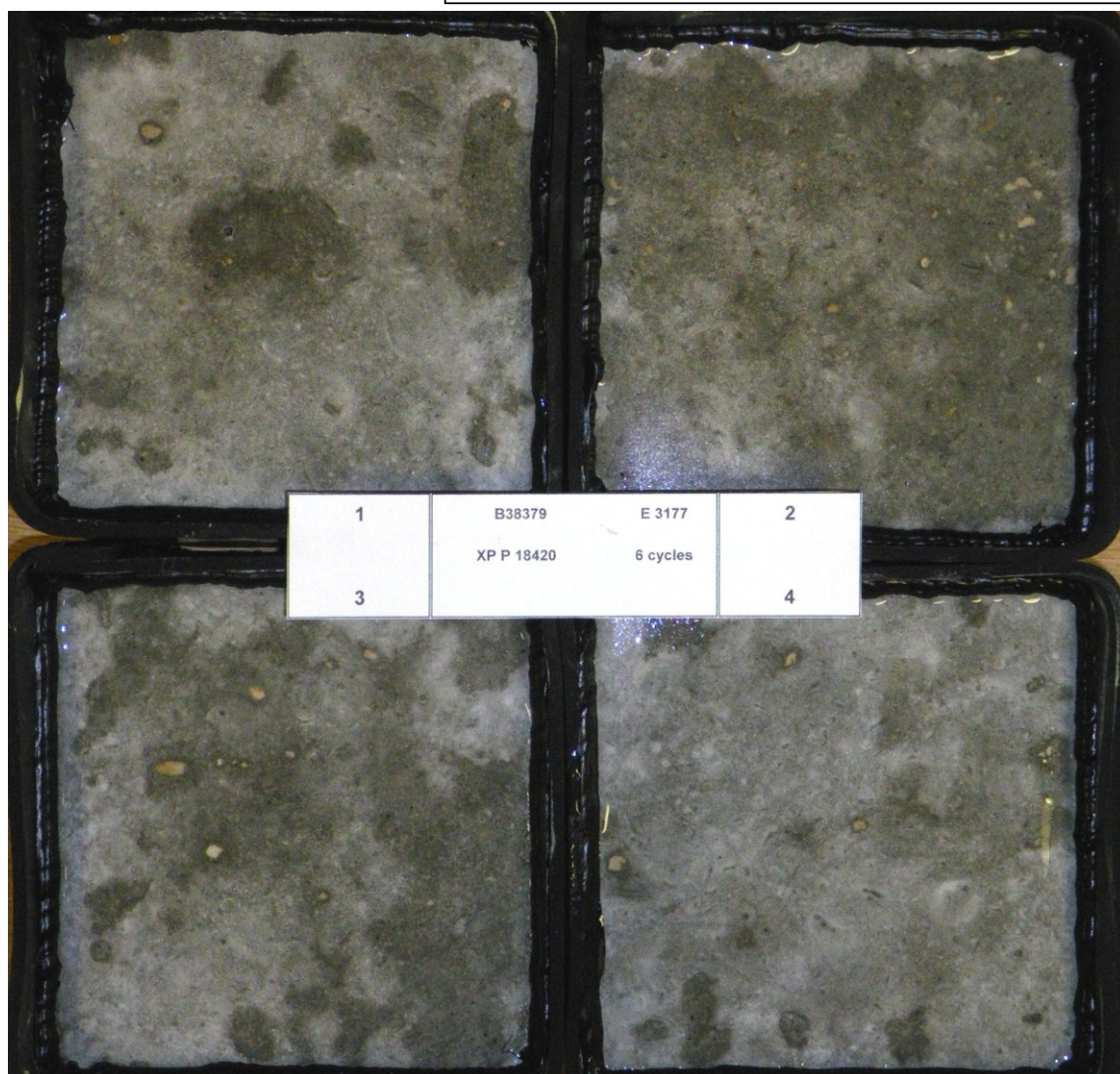
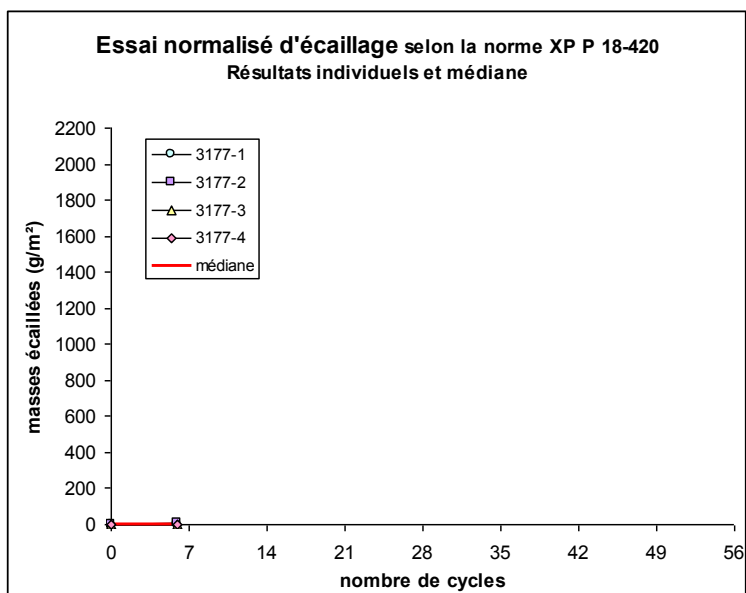


Figure A. 38 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d’épreuve à 6 cycles

Essai écaillage n°3177 (g/m²)					
Cycles	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6	2	4	3	2	2
13	17	15	19	14	16
20					
27					
34					
41					
48					
56					

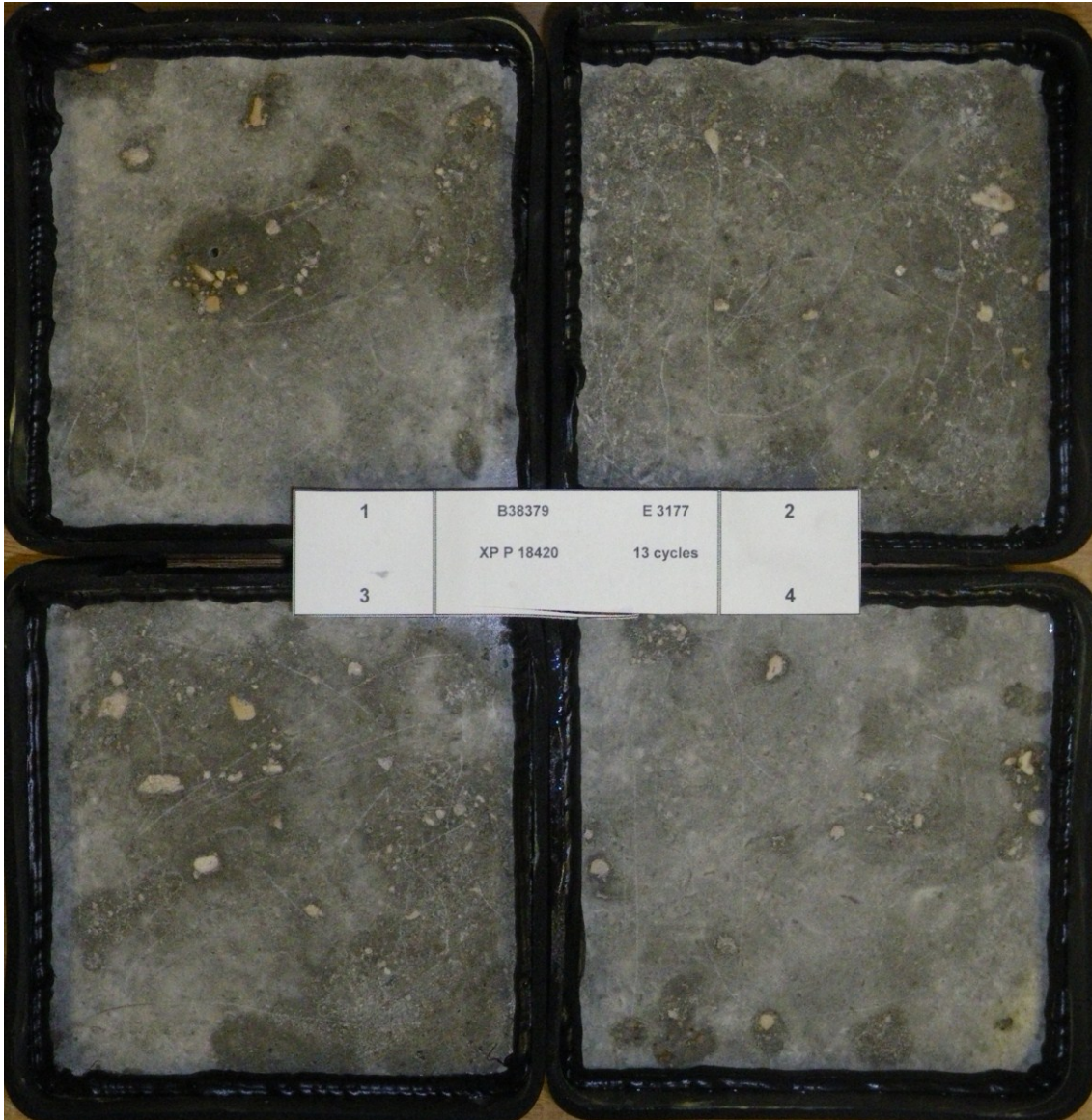
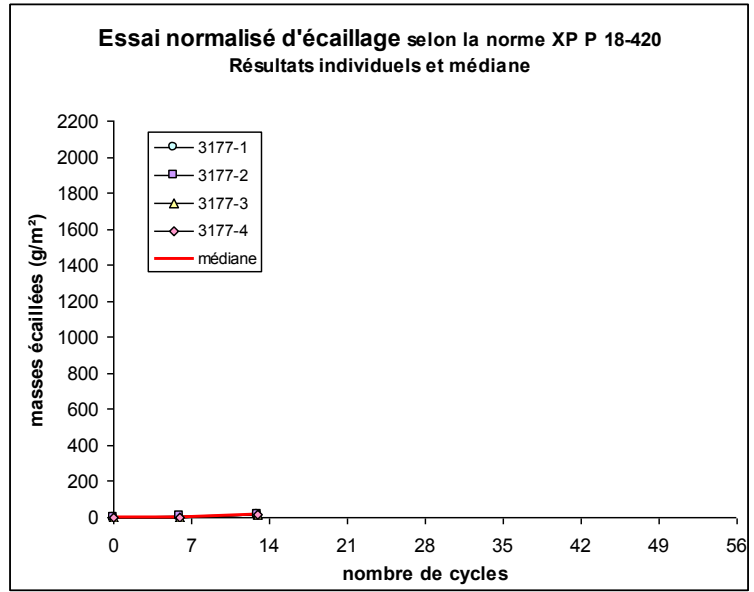


Figure A. 39 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d’épreuve à 13 cycles

Essai écaillage n°3177 (g/m <sup>2</sup> )					
Cycles	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6	2	4	3	2	2
13	17	15	19	14	16
20	80	45	76	46	61
27					
34					
41					
48					
56					

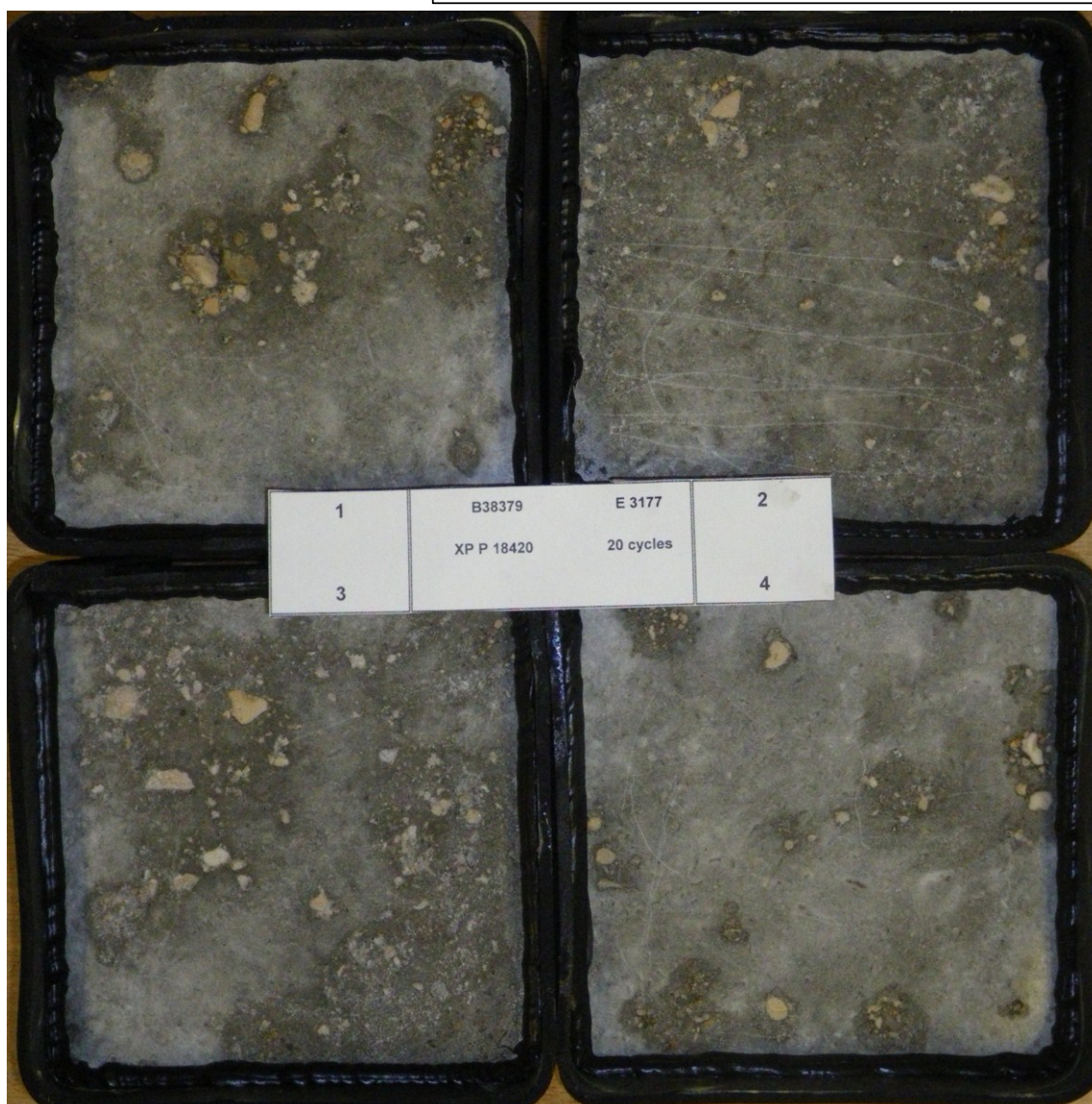
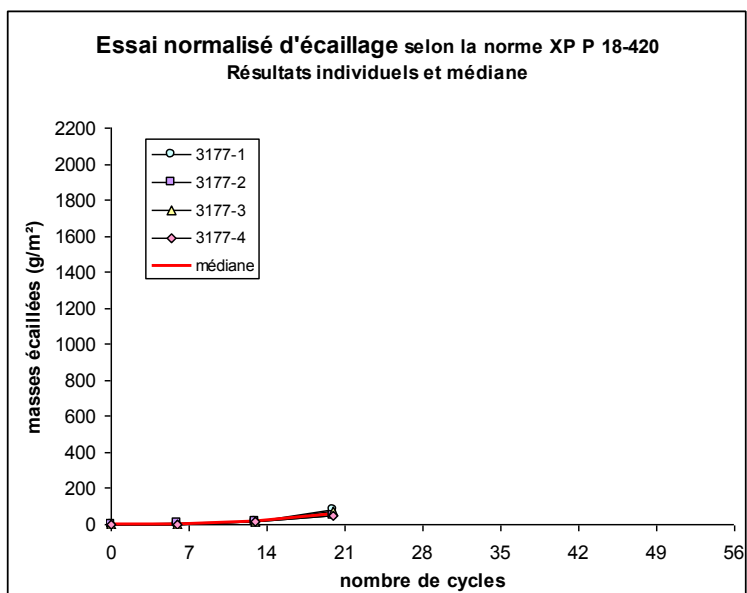


Figure A. 40 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 20 cycles



Essai écaillage n°3177 (g/m²)					
Cycles	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6	2	4	3	2	2
13	17	15	19	14	16
20	80	45	76	46	61
27	180	104	219	118	149
34					
41					
48					
56					

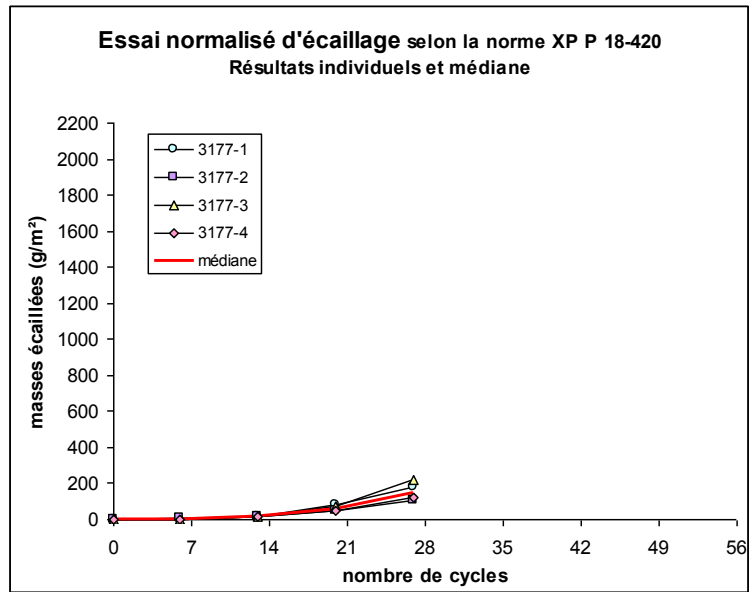


Figure A. 41 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d’épreuve à 27 cycles

Essai écaillage n°3177 (g/m <sup>2</sup> )					
Cycles	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6	2	4	3	2	2
13	17	15	19	14	16
20	80	45	76	46	61
27	180	104	219	118	149
34	331	207	449	238	284
41					
48					
56					

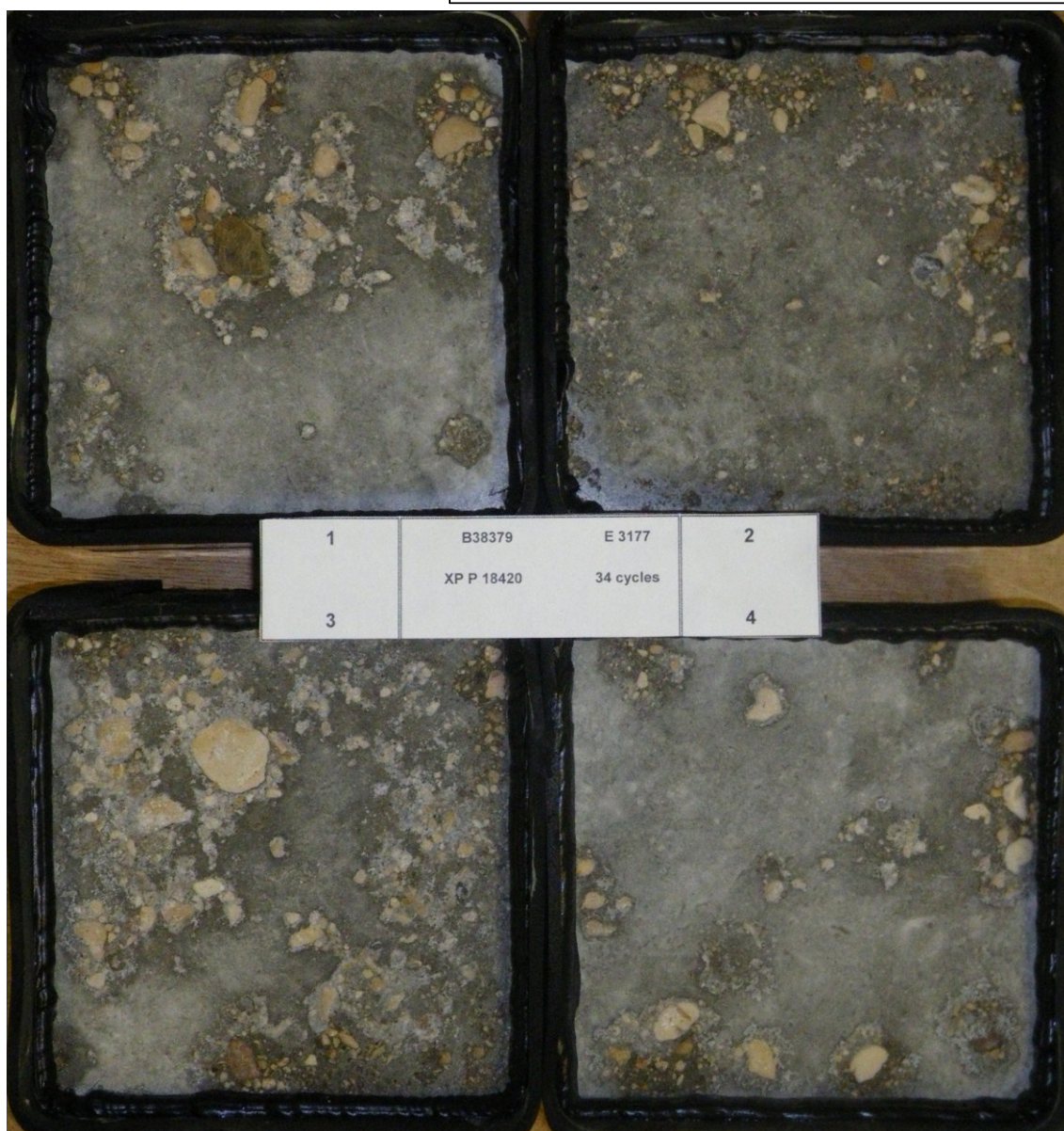
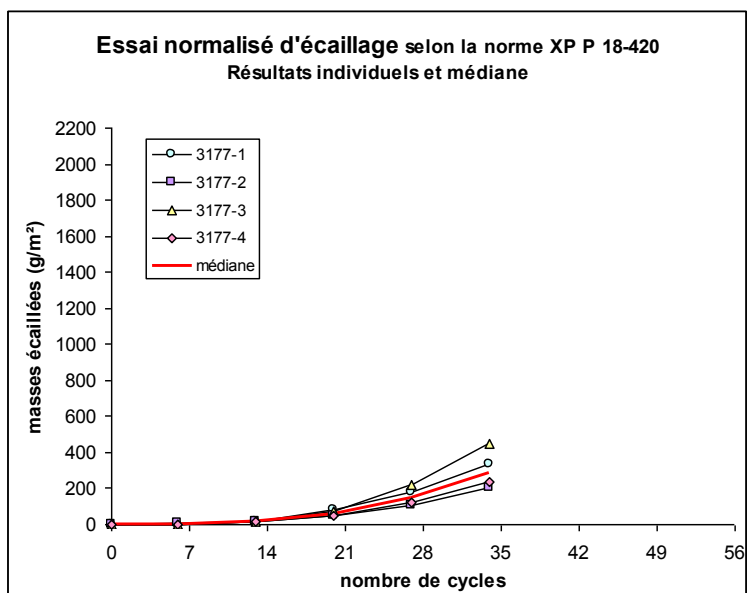


Figure A. 42 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 34 cycles

Essai écaillage n°3177 (g/m²)					
Cycles	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6	2	4	3	2	2
13	17	15	19	14	16
20	80	45	76	46	61
27	180	104	219	118	149
34	331	207	449	238	284
41	539	377	879	463	501
48					
56					

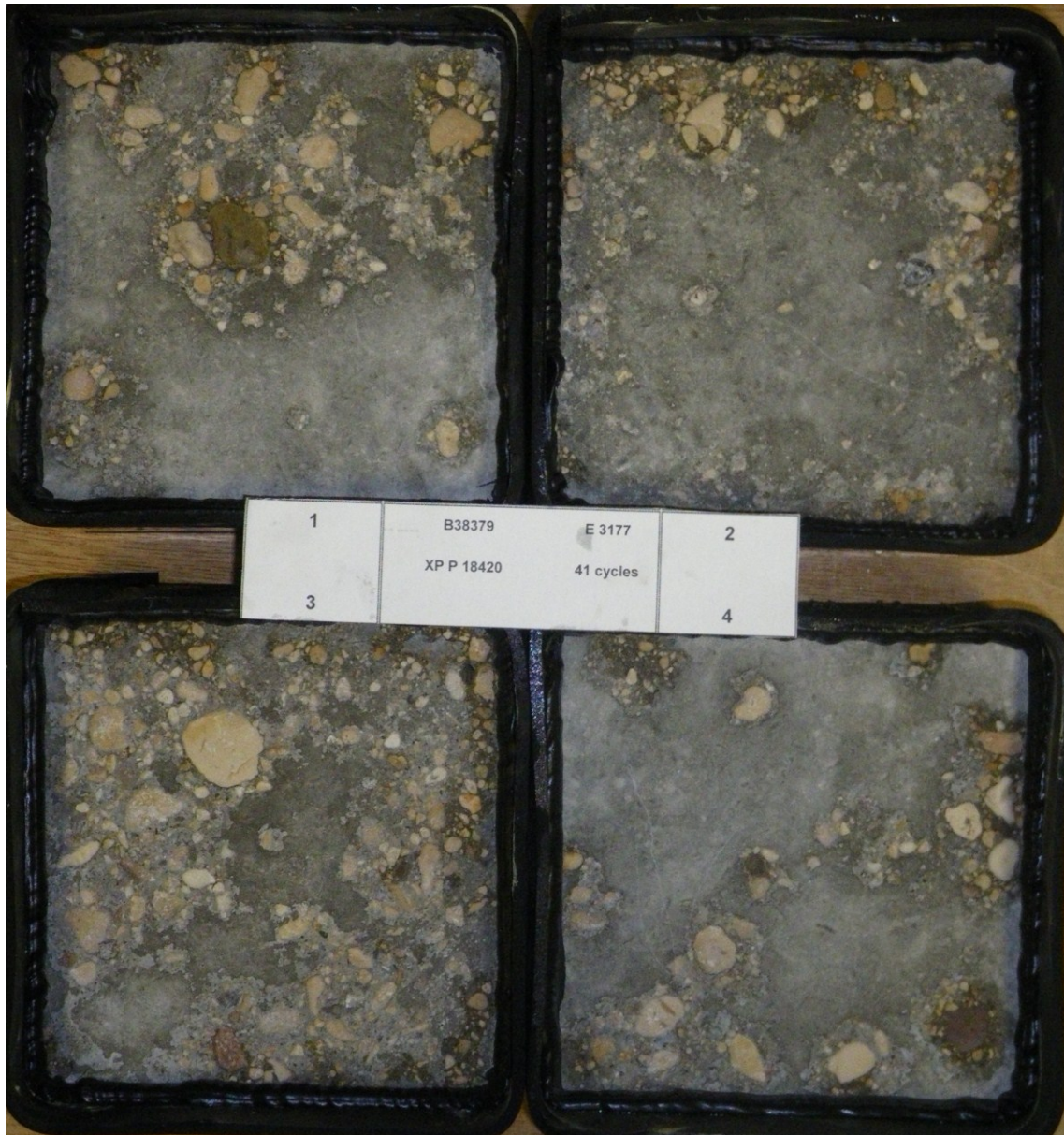
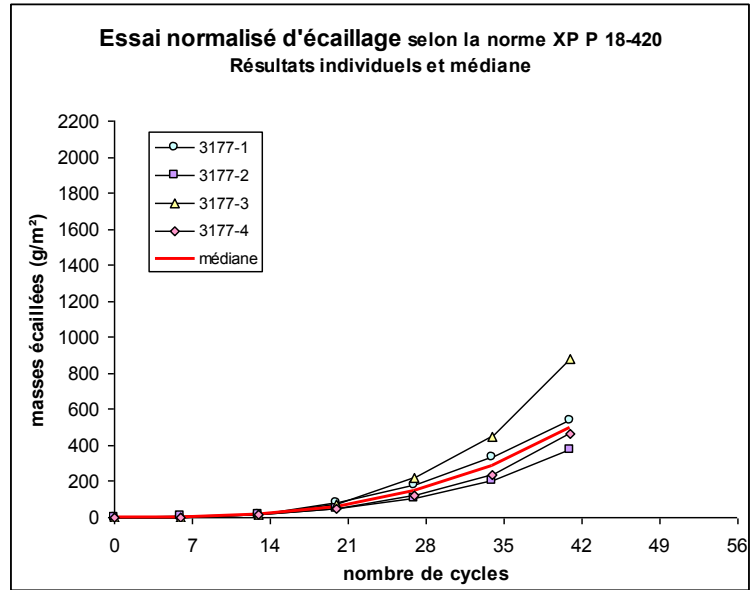


Figure A. 43 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 41 cycles

Essai écaillage n°3177 (g/m²)					
Cycles	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6	2	4	3	2	2
13	17	15	19	14	16
20	80	45	76	46	61
27	180	104	219	118	149
34	331	207	449	238	284
41	539	377	879	463	501
48	856	588	1350	695	775
56					

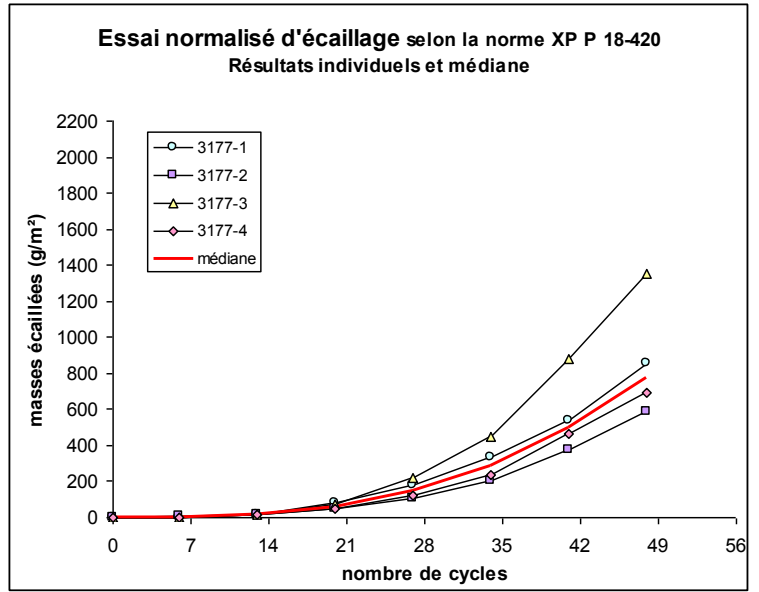


Figure A. 44 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 49 cycles

Essai écaillage n°3177 (g/m²)					
Cycles	3177-1	3177-2	3177-3	3177-4	mediane
0	0	0	0	0	0
6	2	4	3	2	2
13	17	15	19	14	16
20	80	45	76	46	61
27	180	104	219	118	149
34	331	207	449	238	284
41	539	377	879	463	501
48	856	588	1350	695	775
56	1364	927	2023	1051	1207

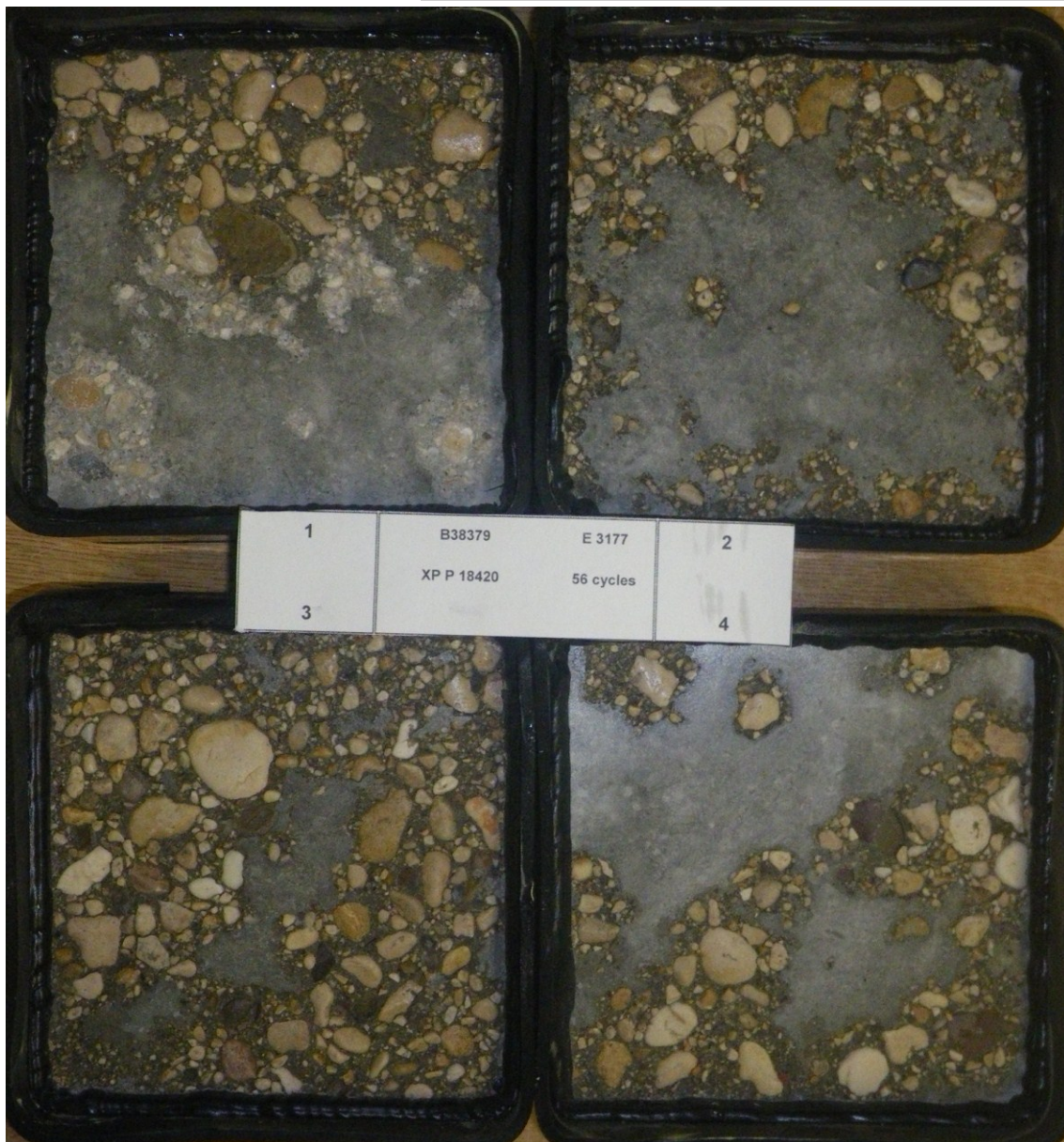
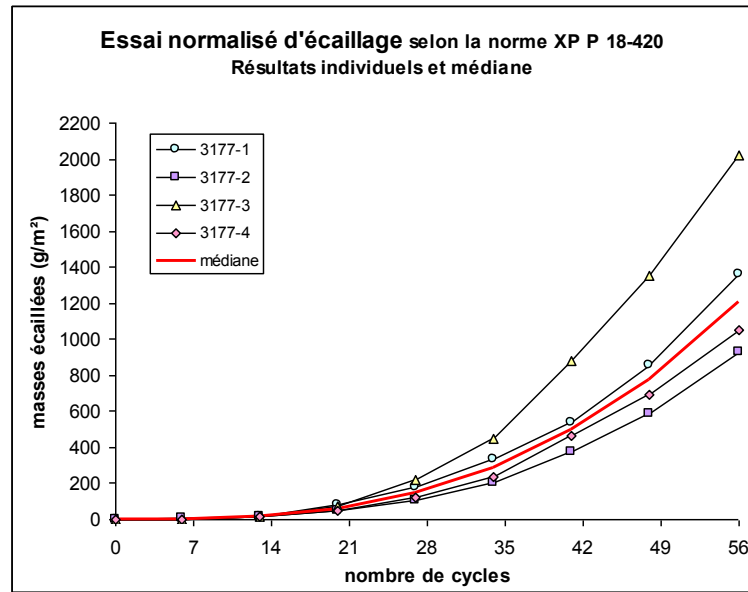


Figure A. 45 Formule B1 –Essai 3177 – Résultats et illustration des corps d'épreuve à 56 cycles

# **Annexe 6**

## **FICHES TECHNIQUES PRODUITS DE LA FORMULE B1**

## Fiche Technique Produit



### Sable pour Béton hydraulique

Donneur d'ordre :	CARRIERES FROMANT	Norme : XP P18-545 , Article 10 : code A
Installation de carrière :	CARRIERES FROMANT	
Origine :	CARRIERES FROMANT à Auberives en Royans (38)	
Classe granulaire :	Sable 0/4 Roulé	Nature : Alluvions silico-calcaires

#### PARTIE NORMATIVE

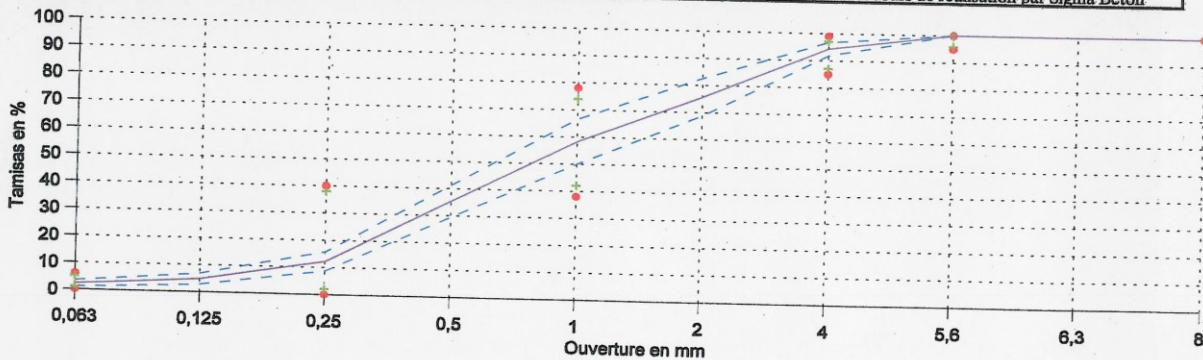
Tamis (mm)		FM	SE	f	0,125	0,25	0,5	1	2	D	1,4 D	6,3	2 D
				0,063		0,25		1		4	5,6		8
Valeurs limites absolues Xu	Vss+U	3,65	100,0	6,0		40,0		78,0		99,0	100,0		100,0
	Vss	3,5	100,0	5,0		38,0		74,0		97,0	100,0		100,0
	Xr	3,2	82,5	3,0		20,0		58,0		92,0	98,0		100,0
	Vsi	2,9	65,0	1,0		2,0		42,0		87,0	96,0		100,0
	Vsi-U	2,75	65,0	0,0		0,0		38,0		85,0	95,0		100,0
Ecart type Max $\leq e/3,3$ sf Max		0,2	10,6	1,8		12,1		12,1		3,0	1,5		0,0
Autres caractéristiques		WA <sub>24</sub>	Imp	PO	S	AS	C	prd	Alcali-réaction		Alcalins actifs		
		Vss	2,5%	0,10%	Neg	0,4%	0,2%	0,01%					
		Vsi											

#### PARTIE INFORMATIVE

Résultats du producteur pour la période du 08/04/2008 Au 14/10/2008

Tamis (mm)	FM	SE	f	0,125	0,25	0,5	1	2	D	1,4D	6,3	2 D
			0,063		0,25		1		4	5,6		8
Maximum	3,6	87,0	4,5	8,0	16,0	46,0	71,0	89,0	98,0	100,0	100,0	100,0
Xf+1,25Sf	3,40	85,2	3,4	6,7	15,6	41,3	66,5	82,5	96,7	100,0	100,0	100,0
Moyenne Xf	3,20	79,9	2,2	4,7	12,1	35,4	58,2	75,6	94,3	100,0	100,0	100,0
Xf-1,25 Sf	2,99	74,7	1,0	2,7	8,6	29,5	49,9	68,7	91,8	100,0	100,0	100,0
Minimum	2,9	72,0	0,6	1,0	3,0	25,0	44,0	64,0	91,0	99,0	99,0	100,0
Ecart type Sf	0,2	4,2	0,9	1,6	2,8	4,7	6,7	5,5	2,0	0,0	0,0	0,0
Nb valeurs	16	14	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16
Autres caractéristiques		WA <sub>24</sub>	Imp	PO	S	AS	C	prd	Alcali-réaction		Alcalins actifs	
		Xf+1,25Sf	0,9	0	<0,06	<0,02	<0,01	2,65			0,0015	
		Moyenne Xf (%)	0,9	0	Nég	<0,06	<0,02	<0,01	2,65	Non Réactif		0,0015
		Xf-1,25 Sf	0,9	0	<0,06	<0,02	<0,01	2,65			0,0015	
		Ecart type Sf	0	0	0	0	0	0			0	
		Nb valeurs	1*	1*	1*	1*	1*	1*	1***		1**	

Obs. : \* Essai réalisé par le CETE en Mars 2008 / \*\* Essai réalisé par Sigma Béton en Janvier 2007 / \*\*\* Essai en cours de réalisation par Sigma Béton



+ Valeurs spécifiées ● Valeurs limites absolues --- Fuseau de fabrication — courbe moyenne

Date et signature du fournisseur:

*10/03/2009*

**CARRIERES FROMANT SARL**  
 38680 AUBERIVES EN ROYANS  
 Tél. 04.76.36.02.82  
 Fax 04.76.36.02.34

Fiche Technique Produit												carrières fromant		
Gravillon pour Béton hydraulique														
Donneur d'ordre :		CARRIERES FROMANT						Norme : XP P18-545 , Article 10 : code A						
Installation de carrière :		CARRIERES FROMANT												
Origine :		CARRIERES FROMANT a Auberives en Royans (38)												
Classe granulaire :		Gravillon 4/12,5 Roulé Lavé						Nature : Alluvions silico-calcaires						
PARTIE NORMATIVE														
Tamis (mm)	A	f 0,063	d/2 2	d 4	6,3	D/1,4 9	D 12,5	14	1,4D 18	2 D 25				
Valeurs limites absolues Xu	Vss+U	1,5	5,0	20,0		63,0	99,0		100,0	100,0				
	Vss	20	1,5	4,0	15,0	57,0	99,0		100,0	100,0				
	Xr	10	0,8	2,5	7,5	48,0	89,0		99,0	100,0				
	Vsi	0	0,0	0,0	0,0	39,0	85,0		99,0	100,0				
	Vsi-U	0,0	0,0	0,0		33,0	80,0		98,0	100,0				
Ecart type Max $\leq e/3,3$	sf Max	6,1	0,5	1,5	4,5		9,1	4,5		0,6	0,0			
Autres caractéristiques		A	Imp	Cq	Ba	WA <sub>2%</sub>	LA	F	S	AS	C	prd	Alcali-réaction	Alcalins actifs
Vss		20%	0,10%	10%	1%	2,5%	30	4,0%	0,4%	0,2%	0,02%			
Vsi														
PARTIE INFORMATIVE														
Résultats du producteur pour la période du 08/04/2008 Au 14/10/2008														
Tamis (mm)	A	f 0,063	d/2 2	d 4	6,3	D/1,4 9	D 12,5	14	1,4D 18	2 D 25				
Maximum	7	0,3	3,0	4,0	19,0	59,0	98,0	100,0	100,0	100,0				
Xf+1,25Sf	7	0,3	1,6	2,3	18,7	57,0	97,6	100,0	100,0	100,0				
Moyenne Xf	7	0,2	0,6	1,1	13,3	48,0	94,7	99,4	100,0	100,0				
Xf-1,25 Sf	7	0,0	0,0	0,0	7,8	39,0	91,7	98,1	100,0	100,0				
Minimum	7	0,1	0,0	0,0	6,0	36,0	88,0	96,0	100,0	100,0				
Ecart type Sf	0	0,1	0,8	1,0	4,4	7,2	2,4	1,0	0,0	0,0				
Nb valeurs	1*	15	15	15	15	15	15	15	15	15				
Autres caractéristiques		Imp	Cq	Ba	WA <sub>2%</sub>	LA	F	S	AS	C	prd	Alcali-réaction	Alcalins actifs	
Xf+1,25Sf		<0,01	<0,1	<0,1	0,9	21	0,2	0,01%	0,01%	0,001%	2,61		0,0002	
Moyenne Xf (%)		<0,01	<0,1	<0,1	0,9	21	0,2	0,01%	0,01%	0,001%	2,61	Non Réactif	0,0002	
Xf-1,25 Sf		<0,01	<0,1	<0,1	0,9	21	0,2	0,01%	0,01%	0,001%	2,61		0,0002	
Ecart type Sf		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	
Nb valeurs		1*	1*	1*	1*	1*	1***	1*	1*	1*	1*	1****	1**	
Obs. : * Essai réalisé par le CETE en Mars 2008 / ** Essai réalisé par Sigma Béton en Janvier 2007 / *** Essai réalisé par Sigma Béton en Juillet 2006 **** Essai en cours de réalisation par Sigma Béton														
<p>+ Valeurs spécifiées + ● Valeurs limites absolues ● --- Fuseau de fabrication --- courbe moyenne</p>														
Date et signature du fournisseur :		CARRIERES FROMANT SARL						carrières fromant @ orange.fr						
10/03/2009		38680 AUBERIVES EN ROYANS						Tél. 04.76.36.02.82						
								Fax 04.76.36.02.34						



### Fiche Technique Produit



#### Gravillon pour Béton hydraulique

Donneur d'ordre : **CARRIERES FROMANT**  
 Installation de carrière : **CARRIERES FROMANT**  
 Origine : **CARRIERES FROMANT** a Aubervives en Royans (38)  
 Classe granulatoire : **Gravillon 11,2/22,4 Roulé Lavé**

Norme : **XP P18-545 , Article 10 : code A**

Nature : **Alluvions silico-calcaires**

#### PARTIE NORMATIVE

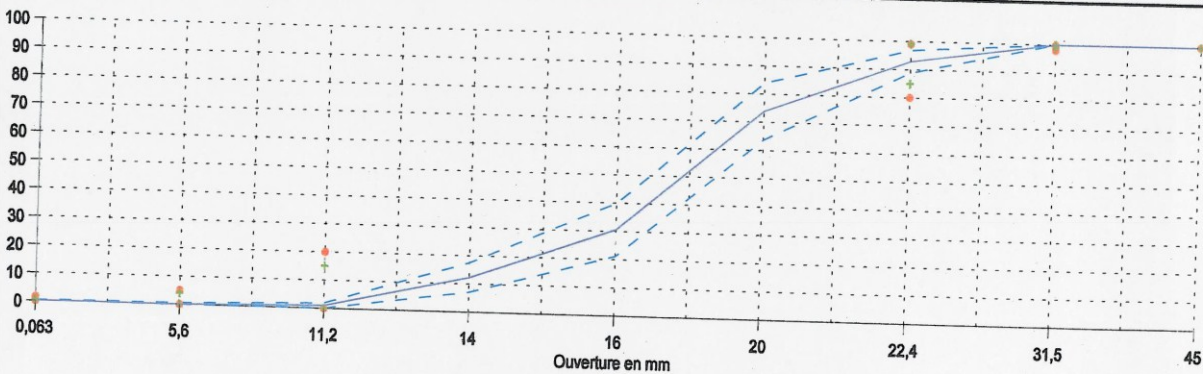
Tamis (mm)	A	f 0,063	d/2 5,6	d 11,2	14	16	20	D 22,4	1,4D 31,5	2D 45			
Valeurs limites absolues Xu	Vss+U	1,5	5,0	20,0				99,0	100,0	100,0			
Valeurs limites spécifiées	Vss	20	1,5	4,0	15,0			99,0	100,0	100,0			
	Xr	10	0,8	2,5	7,5			92,0	99,0	100,0			
	Vsi	0	0,0	0,0	0,0			85,0	99,0	100,0			
	Vsi-U	0,0	0,0	0,0				80,0	98,0	100,0			
Ecart Type Max se/3,3	sf Max	6,1	0,5	1,5	4,5			4,5	0,6	0,0			
Autres caractéristiques	A	Imp	Cq	Ba	WA <sub>24</sub>	LA	F	S	AS	C	prd	Alcali-réaction	Alcalins actifs
	Vss	20%	0,10%	10%	1%	2,5%	30	4,0%	0,4%	0,2%	0,01%		
	Vsi												

#### PARTIE INFORMATIVE

Résultats du producteur pour la période du **08/04/2008** Au **14/10/2008**

Tamis (mm)	A	f 0,063	d/2 5,6	d 11,2	14	16	20	D 22,4	1,4D 31,5	2D 45		
Maximum	10	0,3	1,0	2,0	20,0	45,0	83,0	97,0	100,0	100,0		
Xf+1,25Sf	10	0,3	0,5	1,9	17,5	39,9	83,9	96,8	100,0	100,0		
Moyenne Xf	10	0,2	0,1	1,0	12,2	30,5	73,8	92,8	100,0	100,0		
Xf-1,25 Sf	10	0,1	0,0	0,1	7,0	21,1	63,7	88,8	100,0	100,0		
Minimum	10	0,1	0,0	0,0	6,0	20,0	55,0	87,0	100,0	100,0		
Ecart type Sf	0	0,1	0,3	0,7	4,2	7,5	8,1	3,2	0,0	0,0		
Nb valeurs	1*	17	17	17	17	17	17	17	17	17		
Autres caractéristiques	Imp	Cq	Ba	WA <sub>24</sub>	LA	F	S	AS	C	prd	Alcali-réaction	Alcalins actifs
Xf+1,25Sf	<0,01	<0,1	<0,1	0,8	21	0,2	0,02%	0,02%	0,001%	2,64		0,0002
Moyenne Xf (%)	<0,01	<0,1	<0,1	0,8	21	0,2	0,02%	0,02%	0,001%	2,64	Non Réactif	0,0002
Xf-1,25 Sf	<0,01	<0,1	<0,1	0,8	21	0,2	0,02%	0,02%	0,001%	2,64		0,0002
Ecart type Sf	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0,0002
Nb valeurs	1*	1*	1*	1*	1*	1***	1*	1*	1*	1*	1****	1**

Obs. : \* Essai réalisé par le CETE en Mars 2008 / \*\* Essai réalisé par Sigma Béton en Janvier 2007 / \*\*\* Essai réalisé par Sigma Béton en Juillet 2006  
 \*\*\*\* Essai en cours de réalisation par Sigma Béton



+ Valeurs spécifiées + Valeurs limites absolues --- Fuseau de fabrication --- courbe moyenne

Date et signature du fournisseur :

*Signature*

**CARRIERES FROMANT SARL**  
 38680 AUBERVIVES EN ROYANS  
 Tél: 04.76.36.02.82  
 Fax 04.76.36.02.34

## Rési Air 200



solutions pour la construction

### Entraîneur d'air

**Adjuvant liquide entraîneur d'air des bétons et mortiers permettant d'améliorer leur résistance au gel par la formation d'un réseau homogène de bulles microscopiques.**

### Propriétés

- RESI AIR 200 crée un réseau de bulles d'air de diamètre compris entre 20 et 250 microns uniformément réparties dans la masse du béton.
- La régularité de l'espacement entre chaque bulle confère au béton durci une bonne résistance aux cycles gel/dégel et aux sels de déverglaçage (selon norme ASTM C 457).
- RESI AIR 200 aide ainsi à réaliser des bétons durables de haute qualité.
- Dans le béton frais, l'air entraîné permet de réduire de façon sensible l'eau de gâchage : il constitue un agrégat fictif qui améliore la maniabilité en diminuant les frottements entre les différents composants.
- RESI AIR 200 facilite le pompage et s'oppose aux phénomènes de ségrégation du béton frais.

### Domaines d'utilisation

RESI AIR 200 peut être utilisé avec tous les ciments de type ASTM et CEM. La diversité de ces types de ciments implique une épreuve de convenance pour vérifier le degré d'efficacité.

Pour tout autre liant, des essais préalables sont nécessaires.

RESI AIR 200 peut être utilisé dans les domaines suivants :

- Béton d'ouvrages d'art dans lequel l'air occlus est nécessaire pour la résistance aux cycles gel/dégel et sels de déverglaçage.
- Béton routier, pistes d'aéroport, berges.
- Recherche d'amélioration de l'homogénéité et du "glissement" : béton pompé, béton extrudé.
- Béton prêt à l'emploi et/ou tous bétons soumis au gel et aux sels de déverglaçage d'une façon générale.
- Mortiers, coulis.



Norme EN 934-2  
cf. règlement NF 085

AFAQ / AFNOR Certification  
11, avenue Francis de Pressensé  
93571 ST DENIS LA PLAINE Cedex  
France

### Caractéristiques

Etat du produit	liquide
Couleur	incoloré à léger jaune
Masse volumique à 20 °C	1,01 kg/l
pH	8
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	3 %
Teneur en Na <sub>2</sub> O équivalent	< 0,5 %
Tenue au froid	craint le gel
En cas de gel, ré-homogénéiser avant utilisation après retour à l'état liquide.	

Les tolérances des valeurs de pH, de MV et d'ES respectent les exigences de la norme NF EN 934-2.

### Mode d'emploi

RESI AIR 200 doit de préférence être incorporé dans l'eau de gâchage, ou introduit simultanément dans le malaxeur.

### Dosage

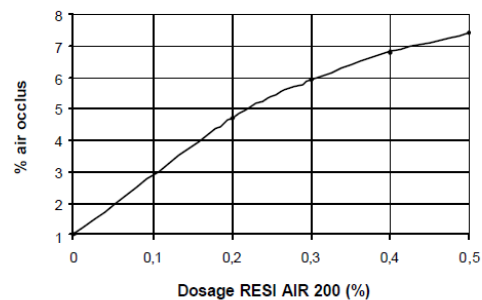
- De 0,05 à 0,5 % du poids de ciment.

La quantité d'air entraîné dépend du module de finesse du sable, du dosage en ciment, de la plasticité du béton.

Le dosage exact à l'intérieur de cette plage devra être déterminé par des essais de convenance.

Possibilité de retard de prise au dosage maximal.

**Graphe indicatif de l'évaluation de l'air entraîné en fonction du dosage (béton à 350 kg/m<sup>3</sup> de ciment à faible C<sub>3</sub>A, affaissement de 8 cm).**



## Rési Air 200

---

### Précautions

Le port d'équipements de protection individuelle est recommandé. Pour plus d'informations, consulter la fiche de données de sécurité sur le site internet [www.fosroc.com](http://www.fosroc.com) ou la demander auprès de FOSROC CIA.

### Conditionnement

Vrac, container, fût, jerrican

### Stockage – Conservation

Stocker à l'abri du gel.

Le RESI AIR 200 se conserve pendant 24 mois dans son emballage d'origine.

Août 2005 - s'informer de la mise à jour auprès de FOSROC CIA.



**Fosroc CIA**

Z.I. de l'Ision – BP 11  
38670 Chasse sur Rhône  
France

[www.fosroc.com](http://www.fosroc.com)

### Note importante

Les informations contenues dans la présente notice sont l'expression de nos connaissances et des résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse. Des essais préalables à chaque utilisation permettront de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application du produit sont satisfaisantes. Nos spécialistes sont à la disposition des utilisateurs pour les aider à résoudre au mieux leurs problèmes.

---

**Téléphone :**  
(33) 04 72 49 17 90

**Fax :**  
(33) 04 72 49 17 91

**Internet :**  
[www.fosroc.com](http://www.fosroc.com)

## Rési Flow BB40



solutions pour la construction

### Superplastifiant haut réducteur d'eau

**Adjuvant liquide incolore de base polyméamine. Il permet notamment d'atteindre des niveaux de résistances mécaniques élevés à toutes échéances grâce à son fort pouvoir dispersant et à l'absence d'effet retard.**

#### Propriétés

- RESI FLOW BB40 peut être utilisé indifféremment comme plastifiant réducteur d'eau ou comme fluidifiant des bétons, des mortiers et des plâtres.
- RESI FLOW BB40 est particulièrement recommandé dans les bétons à base de ciment blanc ou dans les bétons colorés.
- A plasticité égale, l'utilisation de RESI FLOW BB40 permet de réduire considérablement la quantité d'eau de gâchage, d'améliorer la compacité du béton frais et d'augmenter de façon importante les résistances mécaniques à tous âges à partir de 24 heures.
- A teneur en eau égale, par son pouvoir fluidifiant élevé, RESI FLOW BB40 permet d'améliorer la maniabilité sans ségrégation et assure le maintien des performances mécaniques.

#### Domaines d'utilisation

RESI FLOW BB40 peut être utilisé avec tous les ciments de type ASTM et CEM. La diversité de ces types de ciments implique une épreuve de convenance pour vérifier le degré d'efficacité.

Pour tout autre liant, des essais préalables sont nécessaires.

RESI FLOW BB40 est destiné à être utilisé dans les domaines suivants :

- Béton armé.
- Béton prêt à l'emploi.
- Béton précontraint.
- Béton clair et avec ciment blanc.
- Béton coloré.
- Mortiers, coulis.

RESI FLOW BB40 s'utilise également pour la réalisation de pièces de plâtre.



Norme EN 934-2  
cf. règlement NF 085

AFAQ / AFNOR Certification  
11, avenue Francis de Pressensé  
93571 ST DENIS LA PLAINE Cedex  
France

#### Caractéristiques

Etat du produit	liquide
Couleur	incolore
Masse volumique à 20 °C	1,25 kg/l
pH	9 à 11,5
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	40 %
Teneur en Na <sub>2</sub> O équivalent	< 6 %
Tenue au froid	crainit le gel
En cas de gel, ré-homogénéiser avant utilisation après retour à l'état liquide.	

(Les tolérances des valeurs de pH, MV et ES respectent les exigences de la norme NF EN 934-2).

#### Mode d'emploi

RESI FLOW BB40 doit de préférence être incorporé dans l'eau de gâchage, ou introduit simultanément dans le malaxeur.

Il pourra également être incorporé après mouillage du béton en fonction des performances recherchées.

Dans le cas du béton prêt à l'emploi, le rajout peut se faire dans le malaxeur du camion à son arrivée sur le chantier ; le malaxage sera alors prolongé de 5 minutes à vitesse rapide.

#### Maintien de la fluidité

Le temps durant lequel le béton reste fluide dépend de la température, de la consistance du béton avant ajout de l'adjuvant, de la nature du ciment et de son dosage.

#### Dosage

- De 0,5 à 4 % du poids de ciment.

Le dosage exact à l'intérieur de cette plage sera déterminé par des essais de convenance.

#### Précautions

Le port d'équipements de protection individuelle est recommandé. Pour plus d'informations, consulter la fiche de données de sécurité sur le site internet [www.fosroc.com](http://www.fosroc.com) ou la demander auprès de FOSROC CIA.

## Rési Flow BB40

---

### Conditionnement

Vrac, container, fût, jerrican.

### Stockage – Conservation

Stocker à l'abri du gel.

Le RESI FLOW BB 40 se conserve pendant 24 mois dans son emballage d'origine.

Décembre 2005 - s'informer de la mise à jour auprès de FOSROC CIA



**Fosroc CIA**

Z.I. de l'Ision – BP 11  
38670 Chasse sur Rhône  
France

[www.fosroc.com](http://www.fosroc.com)

### Note importante

Les informations contenues dans la présente notice sont l'expression de nos connaissances et des résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse. Des essais préalables à chaque utilisation permettront de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application du produit sont satisfaisantes. Nos spécialistes sont à la disposition des utilisateurs pour les aider à résoudre au mieux leurs problèmes.

---

**Téléphone :**  
(33) 04 72 49 17 90

**Fax :**  
(33) 04 72 49 17 91

**Internet :**  
[www.fosroc.com](http://www.fosroc.com)

## Rési Vit



solutions pour la construction



Norme EN 934-2  
cf. règlement NF 085

AFAQ / AFNOR Certification  
11, avenue Francis de Pressensé  
93571 ST DENIS LA PLAINE Cedex  
France

### Accélérateur de prise non chloré

**Adjuvant liquide non chloré, à hautes performances, que l'on incorpore aux bétons et mortiers afin d'en accélérer la prise et de favoriser un développement rapide des résistances mécaniques.**

#### Propriétés

RESI VIT est un adjuvant non chloré, utilisable pour les bétons armés ou non armés.

- RESI VIT agit comme catalyseur des réactions initiales d'hydratation des ciments. Il est particulièrement efficace à basse température. La prise est accélérée et les résistances mécaniques se développent rapidement, limitant ainsi les dégradations du béton frais dues au gel.
- L'efficacité du RESI VIT est particulièrement appréciable dans le cas de démoulages à très brève échéance. Il permet d'optimiser les cadences de production donc d'effectuer des "rotations" plus rapides (bâtiment et préfabrication).

L'utilisation du RESI VIT ne dispense pas de respecter les règles de l'art concernant le bétonnage par temps froid.

#### Domaines d'utilisation

RESI VIT peut être utilisé avec tous les ciments de type ASTM et CEM. La diversité de ces types de ciments implique une épreuve de convenance pour vérifier le degré d'efficacité.

Pour tout autre liant, des essais préalables sont nécessaires.

RESI VIT est destiné à être utilisé dans les domaines suivants :

- Construction traditionnelle.
- Béton banché.
- Béton prêt à l'emploi.
- Préfabrication avec ou sans étuvage.
- Béton précontraint.
- Mortiers.
- Coulis.
- Tous travaux en béton armé d'une façon générale.

#### Caractéristiques

Etat du produit	liquide
Couleur	incolore légèrement blond
Masse volumique à 20 °C	1,42 kg/l
pH	5 à 7,5
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	56 %
Teneur en Na <sub>2</sub> O équivalent	< 3 %
Point de congélation	< - 10 °C
En cas de gel, ré-homogénéiser avant utilisation après retour à l'état liquide.	

(Les tolérances des valeurs de pH, MV et ES respectent les exigences de la norme NF EN 934-2).

#### Mode d'emploi

RESI VIT doit de préférence être incorporé dans l'eau de gâchage, ou introduit simultanément dans le malaxeur.

#### Dosage

- De 0,5 à 3 % du poids de ciment.

Le dosage exact à l'intérieur de cette plage sera déterminé par des essais de convenance.

#### Précautions

Le port d'équipements de protection individuelle est recommandé. Pour plus d'informations, consulter la fiche de données de sécurité sur le site internet [www.fosroc.com](http://www.fosroc.com) ou la demander auprès de FOSROC CIA.

#### Conditionnement

Vrac, container, fût, jerrican.

#### Stockage - Conservation

Le RESI VIT se conserve pendant 24 mois dans son emballage d'origine.

Décembre 2005 - s'informer de la mise à jour auprès de FOSROC CIA.



**Fosroc CIA**

Z.I. de l'Isloin – BP 11  
38670 Chasse sur Rhône  
France

[www.fosroc.com](http://www.fosroc.com)

**Note importante**

Les informations contenues dans la présente notice sont l'expression de nos connaissances et des résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse. Des essais préalables à chaque utilisation permettront de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application du produit sont satisfaisantes. Nos spécialistes sont à la disposition des utilisateurs pour les aider à résoudre au mieux leurs problèmes.

---

**Téléphone :**  
(33) 04 72 49 17 90

**Fax :**  
(33) 04 72 49 17 91

**Internet :**  
[www.fosroc.com](http://www.fosroc.com)

# Annexe 7

## RESULTATS D'ETUDE PREALABLE SUR LA FORMULE DE BETON B1

Cette formule de béton a été étudiée au CETE de Lyon dans le cadre de [Prost et Orcel, 2003]. Ce rapport note cette formule G19 et apporte des informations qui ont permis de démarrer l'analyse de la distribution du résultat d'écaillage ainsi que certaines informations reprises dans la présente étude :

- un essai de représentativité du résultat d'essai (individuel et médiane),
- l'impact de la variation de la quantité d'air dans le béton (voir Figure 1.43)
- l'évolution du facteur d'espacement depuis la surface d'une éprouvette jusqu'à une profondeur de stabilisation des valeurs.

Une nouvelle analyse des résultats obtenus dans [Prost et Orcel, 2003] est réalisée dans les deux paragraphes ci-dessous.

### ❖ REPRODUCTIBILITE DE L'ESSAI

La formule est identique à la formule de béton B1 de cette étude, à ceci près qu'elle contient une quantité plus importante d'adjuvant entraîneur d'air.

Trois gâchées de bétons ont permis d'obtenir 12 résultats individuels d'essais reportés dans la Figure A. 46.

	Gâchée n°1	Gâchée n°2	Gâchée n°3
Air occlus (%)	5,1	5,6	5,3
Éprouvette n°1 (g/m <sup>2</sup> )	738	67	515
Éprouvette n°2 (g/m <sup>2</sup> )	919	306	1116
Éprouvette n°3 (g/m <sup>2</sup> )	394	402	1148
Éprouvette n°4 (g/m <sup>2</sup> )	1422	448	457
Médiane (g/m <sup>2</sup> )	829	354	816
Moyenne (g/m <sup>2</sup> )	868	306	809
Écart type (g/m <sup>2</sup> )	429	170	374
Coefficient de variation	49%	56%	46%

Figure A. 46 Résultats de reproductibilité sur une dérivée de la formule de béton B1 contenant 5,1 à 5,5% d'air occlus

Les résultats individuels de masses d'écaillés par unité de surface (en g/m<sup>2</sup>) au sein d'un même essai sont relativement dispersés avec un coefficient de variation de l'ordre de 50%. Les 3 médianes de 4 résultats présentent une grande amplitude.

Les valeurs obtenues pour l'ensemble des résultats individuels sont les suivantes :

- médiane : 486 g/m<sup>2</sup>,
- moyenne : 661 g/m<sup>2</sup>,
- écart type : 407 g/m<sup>2</sup>,
- coefficient de variation : 62%.



La dispersion apparaît importante pour un essai normalisé. Cependant, il semble difficile de qualifier la dispersion de ce résultat d'essai sur une seule formule de béton avec des résultats obtenus sur 3 gâchées différentes.

A partir de l'examen de ces résultats, il est apparu nécessaire d'engager une étude spécifique de répétabilité. Les bétons testés devront présenter des résultats d'écaillage étendus pour valider les résultats obtenus.

### ❖ DETERMINATION DU FACTEUR D'ESPACEMENT EN FONCTION DE LA PROFONDEUR

Le facteur d'espacement a été étudié en fonction de la profondeur sur deux plaques 10x10 cm<sup>2</sup>. Les 22 résultats, reportés dans la Figure A. 47, ont été établis par un même opérateur pour le comptage manuel selon la norme ASTM C457.

Béton B1 - Facteur d'espacement selon ASTM C457				
Profondeur (mm)	A (%)	P (%)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Lbarre ( $\mu$ m)
0,17	3,4	48	15,5	477
0,35	3,0	46	15,6	489
0,55	2,8	42	15,9	478
0,78	2,3	41	16,8	486
1,03	2,2	35	16,2	487
1,28	2,1	33	16,3	475
1,93	2,3	29	15,1	467
2,57	2,7	27	13,6	466
3,33	2,3	26	14,4	464
4,14	2,3	25	14,1	466
5,18	2,1	24	15,0	455
6,32	2,0	23	14,8	460
7,82	1,9	22	15,2	448
9,24	1,9	22	15,0	450
10,27	1,9	22	14,5	472
11,13	2,0	22	14,4	458
12,01	1,9	21	15,4	436
12,73	2,0	21	13,9	467
15,53	1,9	21	15,2	441
18,68	1,7	20	15,1	457
20,43	1,8	21	15,2	443
750,00	1,7	21	16,0	441

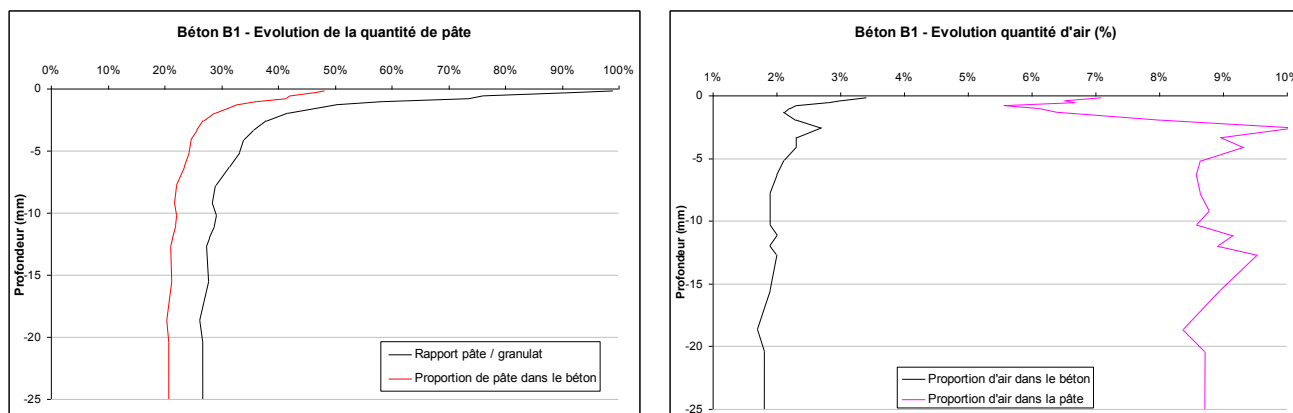
Figure A. 47 Béton B1 – Facteur d'espacement en fonction de la profondeur

Le facteur d'espacement subit une baisse d'environ 8% depuis la surface jusqu'à une profondeur où les résultats sont stabilisés, à environ 20 mm de profondeur.

Pour autant, la surface spécifique des bulles d'air (cf. section 1.4.2.2,  $\alpha$  = aire bulle/volume bulle) reste quasiment identique sur l'ensemble des profondeurs. Cela tend à conclure que la qualité des bulles d'air n'est pas modifiée à l'approche de la surface coffrée.

Par contre, la quantité de pâte cimentaire est plus importante vers la surface (effet de parois pour l'arrangement des granulats). Il n'est pas possible de faire une mesure à 0 où il y aurait 100% de pâte cimentaire. A 0,17 mm la surface de pâte est de 48% et diminue progressivement jusqu'à

21%. La quantité d'air semble également diminuer de façon importante. Cependant, il faut rapporter cette valeur au volume de pâte pour avoir une représentation pertinente vis-à-vis du facteur d'espacement qui s'établit au sein de la pâte cimentaire et donc sans la prise en compte des granulats.



**Figure A. 48 Évolution des caractéristiques du béton proche de la surface :  
quantité de pâte cimentaire et proportion d'air**

La teneur en air occlus dans la pâte cimentaire diminue vers la surface (cf. graphe de droite de la Figure A. 48), ce qui explique la relative augmentation du facteur d'espacement tel que représenté dans la courbe du graphe de la Figure 2.22.



# Annexe 8

## FABRICATION DE LA FORMULE B3

### ❖ LOTISSEMENT DES ESSAIS D'ÉCAILLAGE

Les corps d'épreuve ont été numérotés dans l'ordre de fabrication. La durée totale de fabrication (moulage, vibration et stockage) pour les 110 éprouvettes est 1h45.

L'affectation des 4 cylindres pour réaliser un essai normalisé d'écaillage a été réalisé dans l'ordre de fabrication. Par contre, les 4 séries (de 4 corps d'épreuve) exposées à une solution contenant un pourcentage défini de NaCl sont réparties sur l'ensemble de la fabrication.

Le lotissement retenu est présenté dans le tableau ci-dessous.

NaCl 0 %		NaCl 1 %		NaCl 2 %		NaCl 3 %	
Fabrication	Série	Fabrication	Série	Fabrication	Série	Fabrication	Série
1-2-3-4	3299	5-6-7-8	3300	9-10-11-12	3301	13-14-15-16	3302
29-30-31-32	3306	33-34-35-36	3307	37-38-39-40	3308	41-42-43-44	3309
56-57-58-59	3313	60-61-62-62b	3314	63-64-65-66	3315	67-68-69-70	3316
83-84-85-86	3320	87-88-89-90	3321	91-92-93-94	3322	95-96-97-98	3323
NaCl 4 %		NaCl 5 %		NaCl 7 %			
Fabrication	Série	Fabrication	Série	Fabrication	Série		
17-18-19-20	3303	21-22-23-24	3304	25-26-27-28	3305		
45-46-47-48	3310	48b-49-50-51	3311	52-53-54-55	3312		
71-72-73-74	3317	75-76-77-78	3318	79-80-81-82	3319		
99-100-101-102	3324	103-104-105-106	3325	107-108-109-110	3326		

Formation des séries d'essais de 4 corps d'épreuve et lotissement pour l'exposition à 0-1-2-3-4-5 et 7% de NaCl



# Annexe 9

## ESSAIS DE PENETRATION DES IONS CHLORURE

### ❖ ÉVALUATION DE LA PROFONDEUR DE PENETRATION DES IONS CHLORURE PAR COLORIMETRIE

Cet essai permet de déterminer la profondeur de pénétration des ions chlorure sur la face perpendiculaire à la surface exposée aux chlorures. Ce test a été réalisé selon la méthode 58.8 du guide technique du LCPC basée sur la procédure de Maultzsch. La vaporisation d'un réactif (nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$ ), et d'un révélateur (bichromate de potassium  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ), permet d'identifier la présence de chlorure dans la phase interstitielle du matériau. La zone contenant des chlorures libres (solubles dans l'eau) apparaît de manière claire et la zone ne contenant pas de chlorure apparaît foncée.

Dans notre cas, la dilution à 1% du nitrate d'argent permet de révéler un seuil de concentration de chlorures libres de 10 mmol/l dans la phase interstitielle du béton.

Pour obtenir une face d'essai la plus représentative, les corps d'épreuve de la formule de béton B1 n'ont pas été sciés (échauffement et délavage) mais fendus par flexion trois points à la presse hydraulique (voir Figure A. 49). Le trait de scie présent à la base du corps d'épreuve a été réalisé lors de la découpe des cubes pour l'essai d'écaillage soit à 14 j.

Les traits de scie des corps d'épreuve de la formule de béton B3 ont été réalisés en fin d'essai d'écaillage, puis fendus par flexion 3 points.

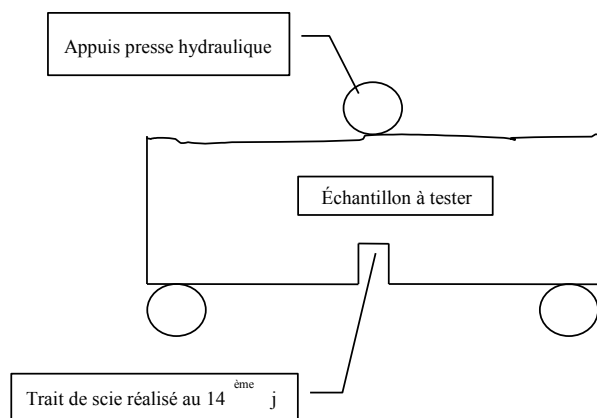


Figure A. 49 Représentation de la méthode de fendage



Figure A. 50 Prise de mesure après révélation par colorimétrie (essai 3179-1)

L'avantage majeur de cet essai est qu'il peut être reproduit sur un grand nombre d'échantillons car il est simple, rapide et peu coûteux.

Il faut toutefois retenir certains inconvénients, et en particulier pour cette étude :

- la valeur de la profondeur des ions chlorure qui n'est qu'une estimation en raison de la difficulté de la mesure, d'une ligne de seuil de détection qui n'est généralement pas un front linéaire parallèle à la surface exposée et d'une faible précision du réactif et du révélateur séparant les deux zones,
- la teneur en ions chlorure dans le béton correspondant au seuil de détection dans la solution interstitielle (avec ou sans révélateur) n'est pas identique pour tous les bétons car elle dépend en particulier des capacités d'adsorption de la pâte cimentaire ; elle peut être déterminée par comparaison avec un profil de concentration obtenu par extraction-dosage,
- l'essai d'écaillage est surfacique et son évolution n'est pas homogène sur la surface exposée. Le fendage pour la colorimétrie a quant à lui toujours été réalisé à mi-éprouvette. On notera d'une part que cette position n'est pas forcément la plus représentative des zones écaillées à la surface mais également que sur cette même ligne un résultat moyen n'est pas forcément représentatif.

**Figure A. 51 Détérioration localisée de l'écaillage (essai n°3178-2)**



**Figure A. 52 Représentativité du résultat de mesure colorimétrique**

Le corps d'épreuve présentée ci-dessus (cf. Figure A. 51 et Figure A. 52), a été exposé à 56 cycles et 3% de NaCl. Cette observation indique que la pénétration des ions chlorure est plus importante au droit d'une zone fortement écaillée. Cela traduit une évolution locale de la diffusion des ions chlorure concomitante à l'apparition de l'écaillage.

### ❖ ÉVALUATION DU PROFIL DE CONCENTRATION DES IONS CHLORURE PAR EXTRACTION DOSAGES

Lors de l'essai d'écaillage, seule la surface supérieure est en contact avec une solution saline contenant des ions chlorure. En fin d'essai, des prélèvements parallèles à la surface exposée ont été récoltés à différentes profondeurs par sciage-broyage à sec.

La méthode de prélèvement par sciage-broyage présente deux inconvénients majeurs :

- l'épaisseur des échantillons qui sont dans notre cas compris entre 3 et 5 mm ce qui moyenne d'autant le profil obtenu,
- l'imprécision des prélèvements liée aux arrachements de granulats.

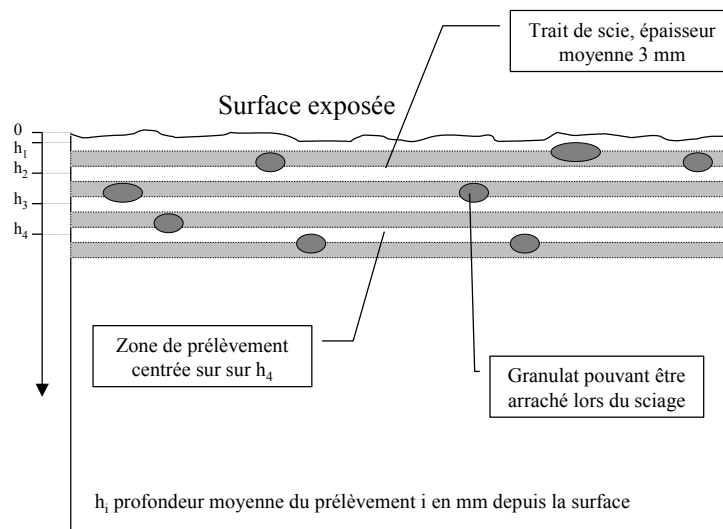


Figure A. 53 Représentation des prélèvements pour l'extraction-dosage des chlorures libres et totaux

De manière générale, sur les éprouvettes testées (formule de béton B1), quatre niveaux de prélèvement qui peuvent légèrement varier en fonction des difficultés de planéité de surface (écaillage en surface et arrachement des granulats en profondeur) ont été appliqués :

- 0 à 3 mm ( $h_1=1,5$  mm)
- 6 à 9 mm ( $h_2=7,5$  mm)
- 12 à 15 mm ( $h_3=13,5$  mm)
- 18 à 21 mm ( $h_4=19,5$  mm)

Le quatrième prélèvement n'a pas été effectué sur les essais interrompus à 14 et 28 cycles car l'essai de colorimétrie a indiqué un seuil de pénétration inférieure à 10 mm.

A partir de ces échantillons, les extractions à l'eau contenant un faible pourcentage d'acide nitrique permettent d'obtenir les chlorures libres et les extractions à l'acide nitrique les chlorures totaux. Le dosage est ensuite réalisé à l'aide d'une électrode potentiométrique et de nitrate d'argent.

Ce type de méthode permet traditionnellement de déterminer le coefficient apparent de diffusion des ions chlorure depuis la 2ème loi de Fick. Cependant, l'exposition aux chlorures dans le cadre de l'essai d'écaillage ne permet pas de calculer un coefficient de diffusion apparent correspondant aux hypothèses de diffusion libre nécessaires à l'application de la loi de Fick, en particulier :

- une température isotherme au lieu de cycles de gel-dégel,
- une continuité du contact entre la surface exposée et la solution saline alors qu'un rinçage est appliqué et que la solution est remplacée tous les sept jours lors de l'essai d'écaillage.



En effet, les basses températures limitent l'activité chimique et les périodes de gel réduisent les échanges hydriques par la formation de glace, mais en contre partie concentrent les ions dans la phase liquide.

# Annexe 10

## RESULTATS D'ESSAIS D'ECAILLAGE DES BETON B1, B2 ET B3

### ❖ RESULTATS D'ESSAIS D'ECAILLAGE DE LA FORMULE DE BETON B1

Les résultats d'essais de la formule de béton B1 sont présentés dans trois tableaux :

- résultats d'essais à 3% de NaCl, à une échéance de 14-28-42 et 56 cycles dans la Figure A. 54,
- résultats d'essais de répétabilité à 56 cycles et 3% de NaCl dans la Figure A. 55,
- résultats d'essais à 0,0-1,5-3,0, et 6,0% de NaCl à une échéance de 56 cycles dans la Figure A. 56.

Essai	Béton B1 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )								
	7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles	
3172	1	9	46						
	2	6	42						
	3	13	71						
	4	3	23						
3173	1	5	85	453	1120				
	2	1	3	10	25				
	3	3	13	46	148				
	4	13	53	139	381				
3174	1	2	28	157	414	972	1703		
	2	6	43	215	681	1519	2576		
	3	34	215	512	1137	2179	3367		
	4	3	6	26	75	90	92		
3175	1	3	10	50	202	604	1378	2133	3184
	2	17	88	598	1323	2374	3558	4396	5481
	3	9	38	108	287	701	1287	1918	2733
	4	12	36	155	580	1477	2462	3430	4424

Figure A. 54 Béton B1 - Résultats d'essais à 3% de NaCl et une échéance de 14-28-42 et 56 cycles

Essai	Béton B1 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )								
	6 cycles	13 cycles	20 cycles	27 cycles	34 cycles	41 cycles	48 cycles	56 cycles	
3177	1	2	17	80	180	331	539	856	1364
	2	4	15	45	104	207	377	588	927
	3	3	19	76	219	449	879	1350	2023
	4	2	14	46	118	238	463	695	1051
3178	1	1	13	62	121	350	681	1175	1806
	2	1	19	97	236	491	792	1142	1618
	3	10	95	251	423	814	1266	1960	2954
	4	69	342	672	1001	1523	2294	3150	4135
3179	1	18	116	342	713	1187	1911	2825	3875
	2	21	109	292	547	903	1421	2119	3059
	3	11	35	101	189	450	898	1634	2693
	4	4	18	139	392	981	1851	2749	3871
3180	1	1	7	41	130	292	618	1166	2106
	2	5	21	54	114	220	445	828	1556
	3	5	21	57	111	247	571	1118	2152
	4	29	365	979	1658	2514	3101	4034	5254

Figure A. 55 Béton B1 - Résultats des essais de répétabilité à 3% de NaCl et une échéance de 56 cycles

		Essai	Béton B1 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )								
			7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles	
Concentration en NaCl	0,0%	3182	1	1	2	3	3	4	10	13	14
			2	1	4	4	5	6	9	17	19
			3	1	2	10	22	33	35	37	43
			4	1	1	2	2	4	6	9	14
	1,5%	3183	1	23	129	252	542	1092	1751	2425	3071
			2	28	311	852	1716	2683	3631	4590	5580
			3	13	43	156	613	1399	2416	3403	4292
			4	15	64	180	459	1141	2046	2937	3587
	3,0%	3184	1	45	191	433	919	1677	2556	3346	4133
			2	39	231	584	1058	1863	2766	3844	4383
			3	23	145	521	1206	1942	2735	3501	4224
			4	74	442	1067	2022	2883	3634	4436	5197
	6,0%	3185	1	2	5	9	17	68	135	243	320
			2	16	177	266	483	1073	1574	2135	2728
			3	36	321	487	737	1306	2086	2800	3478
			4	2	14	31	75	286	700	1196	1706

Figure A. 56 Béton B1 – Résultats d’essais à 0,0-1,5-3,0 et 6,0% de NaCl une échéance de 56 cycles

## ❖ RESULTATS D’ESSAIS D’ECAILLAGE DE LA FORMULE DE BETON B2

Les résultats d’essais de la formule de béton B2 sont présentés dans le tableaux de la Figure A. 57.

Essai		Béton B2 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )							
		8 cycles	15 cycles	22 cycles	30 cycles	36 cycles	43 cycles	50 cycles	57 cycles
3225	1	0	1	5	11	19	45	78	131
	2	1	4	16	42	65	97	138	154
	3	2	12	34	79	127	140	149	151
	4	2	8	29	73	99	154	210	274
3227	1	1	3	9	21	51	134	217	234
	2	2	10	28	47	76	122	182	212
	3	1	3	6	12	15	28	43	72
	4	3	7	12	19	35	60	102	115
3228	1	5	25	44	89	120	142	144	145
	2	6	7	9	12	15	20	39	55
	3	2	11	22	42	114	152	220	305
	4	5	21	58	107	175	236	247	252
3229	1	0	2	10	26	46	80	105	112
	2	2	6	16	34	66	127	181	204
	3	2	6	16	29	62	112	128	136
	4	7	32	65	100	152	194	206	207

Figure A. 57 Béton B2 – Résultats des essais de répétabilité à 3% de NaCl et une échéance de 56 cycles

### ❖ RESULTATS D'ESSAIS D'ECAILLAGE DE LA FORMULE DE BETON B3

Les résultats d'essais de la formule de béton B3 sont présentés dans trois tableaux :

- résultats d'essais de répétabilité à 56 cycles et 0,0% de NaCl dans la Figure A. 58,
- résultats d'essais de répétabilité à 56 cycles et 1,0% de NaCl dans la Figure A. 59,
- résultats d'essais de répétabilité à 56 cycles et 2,0% de NaCl dans la Figure A. 60,
- résultats d'essais de répétabilité à 56 cycles et 3,0% de NaCl dans la Figure A. 61,
- résultats d'essais de répétabilité à 56 cycles et 4,0% de NaCl dans la Figure A. 62,
- résultats d'essais de répétabilité à 56 cycles et 5,0% de NaCl dans la Figure A. 63,
- résultats d'essais de répétabilité à 56 cycles et 7,0% de NaCl dans la Figure A. 64.

Essai	Béton B3 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )									
	7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles		
0,0% NaCl	3299	1	2	2	3	4	4	5	6	6
		2	1	1	2	2	3	4	4	5
		3	1	1	2	3	3	4	4	5
		4	1	1	2	2	3	4	4	5
	3306	1	1	1	2	3	3	4	4	5
		2	1	1	2	3	3	4	4	5
		3	2	4	8	9	9	10	11	11
		4	1	2	6	6	7	8	8	10
	3313	1	1	2	3	4	4	5	5	6
		2	1	1	2	3	3	4	4	5
		3	1	3	3	4	5	5	6	7
		4	1	2	3	3	4	4	5	6
3320	1	1	2	2	3	4	4	5	6	
	2	7	9	9	10	11	11	12	12	
	3	5	7	7	8	9	9	10	10	
	4	1	1	2	2	3	4	4	5	

Figure A. 58 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 0,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles

Essai	Béton B3 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )									
	7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles		
1,0% NaCl	3300	1	13	21	31	41	62	74	85	102
		2	13	24	32	38	47	54	59	70
		3	6	9	18	31	37	40	46	55
		4	20	27	32	36	43	47	50	54
	3307	1	32	58	78	90	100	103	103	104
		2	6	16	23	34	48	56	65	76
		3	10	30	39	46	52	71	78	82
		4	6	8	13	60	75	80	85	90
	3314	1	4	8	46	104	129	159	161	169
		2	11	18	24	39	48	53	56	60
		3	2	2	4	14	18	19	23	28
		4	12	23	32	38	43	44	45	52
3321	1	17	22	23	26	30	32	34	36	
	2	11	17	21	29	46	58	66	74	
	3	8	14	17	25	28	32	33	39	
	4	24	30	37	45	66	78	86	111	

Figure A. 59 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 1,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles

Essai	Béton B3 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )									
	7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles		
2,0% NaCl	3301	1	5	9	50	71	78	86	91	94
		2	2	34	50	65	77	92	106	129
		3	29	34	36	40	43	49	60	65
		4	18	23	24	27	28	31	32	42
	3308	1	11	17	23	26	31	33	36	41
		2	7	14	21	23	26	32	38	50
		3	4	14	18	22	41	49	62	83
		4	12	20	27	38	62	100	159	241
	3315	1	5	33	83	111	133	155	186	199
		2	19	22	25	30	35	48	72	93
		3	9	22	36	51	68	95	115	148
		4	4	13	18	23	28	33	45	51
3322	1	8	18	27	32	38	49	57	72	
	2	15	25	32	44	62	87	129	186	
	3	10	14	18	23	29	46	74	100	
	4	27	40	54	66	87	122	157	184	

Figure A. 60 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 2,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles

Essai	Béton B3 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )									
	7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles		
3,0% NaCl	3302	1	5	8	9	10	11	15	20	26
		2	8	10	13	16	23	38	79	95
		3	10	18	25	35	46	59	80	104
		4	5	11	14	18	25	33	48	73
	3309	1	9	16	23	24	29	36	42	48
		2	8	12	24	30	35	43	48	57
		3	6	11	27	36	43	59	69	95
		4	5	39	54	67	79	100	148	185
	3316	1	6	12	15	21	35	59	82	122
		2	4	6	7	8	10	11	12	13
		3	12	13	14	17	20	22	24	27
		4	1	21	33	40	47	57	76	96
	3323	1	13	23	30	34	38	41	48	60
		2	7	19	27	29	37	64	109	121
		3	8	11	12	16	17	18	20	22
		4	17	22	25	29	37	45	62	77

Figure A. 61 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 3,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles

Essai	Béton B3 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )									
	7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles		
4,0% NaCl	3303	1	7	9	10	11	11	17	18	19
		2	3	4	8	11	15	16	25	33
		3	7	8	11	12	13	13	14	15
		4	2	3	3	4	5	6	8	8
	3310	1	6	9	11	12	14	15	17	21
		2	14	17	19	22	29	42	60	69
		3	11	13	16	20	25	37	58	80
		4	6	10	11	15	20	27	41	53
	3317	1	3	5	8	13	15	24	29	32
		2	4	7	11	14	18	22	26	31
		3	1	1	3	4	4	6	8	13
		4	4	11	20	40	44	46	52	58
	3324	1	4	6	9	13	15	20	22	32
		2	3	29	42	51	56	61	73	89
		3	9	19	22	28	30	32	32	33
		4	7	13	17	18	28	39	46	52

Figure A. 62 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 4,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles

Essai	Béton B3 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )									
	7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles		
5,0% NaCl	3304	1	5	6	7	9	11	12	24	36
		2	3	7	8	9	11	14	26	40
		3	2	4	5	6	9	14	30	47
		4	14	16	18	21	23	26	32	41
	3311	1	5	7	8	12	17	28	48	68
		2	4	12	17	22	28	41	63	92
		3	28	89	99	110	129	152	184	227
		4	2	3	5	7	13	25	46	70
	3318	1	3	4	5	6	9	13	20	33
		2	2	3	3	4	5	6	9	12
		3	1	3	4	6	8	15	31	51
		4	8	8	9	10	14	19	31	42
	3325	1	8	17	21	26	28	34	47	59
		2	6	10	15	19	25	38	68	113
		3	1	3	5	8	12	17	29	41
		4	4	6	7	8	9	11	20	32

Figure A. 63 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 5,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles

Essai	Béton B3 - Cumul de perte de masse par unité de surface (g/m <sup>2</sup> )									
	7 cycles	14 cycles	21 cycles	28 cycles	35 cycles	42 cycles	49 cycles	56 cycles		
7,0% NaCl	3305	1	2	3	4	6	8	12	17	21
		2	2	3	5	7	9	11	17	21
		3	2	2	4	5	7	9	12	14
		4	4	6	9	11	14	18	21	25
	3312	1	6	8	10	13	15	19	23	27
		2	2	3	3	5	7	9	11	14
		3	2	4	6	7	9	13	17	21
		4	3	4	5	7	9	10	12	17
	3319	1	2	4	5	7	10	15	19	25
		2	3	5	6	6	8	10	12	17
		3	2	3	3	4	5	8	11	19
		4	1	2	3	3	4	6	8	10
	3326	1	3	6	8	11	17	24	33	38
		2	4	6	7	10	14	18	22	27
		3	3	9	12	15	23	32	39	47
		4	4	8	11	17	25	36	51	67

Figure A. 64 Béton B3 – Résultats des essais de répétabilité à 7,0% de NaCl et une échéance de 56 cycles



# Annexe 11

## RESULTATS DETAILLES DE PENETRATION DES Cl-

### ❖ FORMULE DE BETON B1 – FRONT DE PENETRATION

Les résultats détaillés de l'essai de détermination du front de pénétration des chlorures par colorimétrie sur les corps d'épreuve de la formule B1 sont réalisés tel que décrit en Annexe 9 et sont présentés dans la Figure A. 65.

		Béton B1 - Front de pénétration des ions chlorures identifiés par colorimétrie (en mm) et masses écaillées (g/m <sup>2</sup> )																							
		14, 28, 42 et 56 cycles, 3% NaCl												56 cycles, 3% NaCl						56 cycles, 0-1,5-3 et 6% NaCl					
		essai	nbre cycles	Ecaillage (g/m <sup>2</sup> )			Front de Cl' (mm)			essai	Ecaillage (g/m <sup>2</sup> )			Front de Cl' (mm)			essai	% NaCl	Ecaillage (g/m <sup>2</sup> )			Front de Cl' (mm)			
				m <sub>indiv.</sub>	μ	σ/μ	h	μ	σ/μ		m <sub>indiv.</sub>	μ	σ/μ	h	μ	σ/μ			m <sub>indiv.</sub>	μ	σ/μ	h	μ	σ/μ	
Eprouvettes de dimension normalisée surface exposée = 15x15cm <sup>2</sup>	3172	1	46			6,0			3177	1	1364			10,3			3182	1	0,0%	14,14			0,0		
		2	42			4,4			2	927			9,7			2	19,35			0,0					
		3	71	46	43%	5,0	5,4	16%	3	2023			13,8			3	43,29	23	62%	0,0					
		4	23			6,2			4	1051			4,3			4	13,88			0,0					
	3173	1	1120			10,0			3178	1	1806			7,5			3183	1	1,5%	3071			11,4		
		2	25			5,0			2	1618			7,9			2	5580			11,7					
		3	148	419	117%	6,5	7,1	30%	3	2954	2628	44%	9,2	20%	3	4292	4133	26%	10,8	11,5	5%				
		4	381			6,8			4	4135			10,2			4	3587			12,1					
	3174	1	1703			9,0			3179	1	3875			15,1			3184	1	3,0%	4133			13,3		
		2	2576	1935	73%	7,5	8,6	25%	2	3059			12,4			2	4383	4484	11%	15,1	13,6	7%			
		3	3367			11,5			3	2693	3375	18%	14,1	9%	3	4224			13,1						
		4	92			6,5			4	3871			14,8			4	5197			12,9					
	3175	1	3184			11,5			3180	1	2106			11,4			3185	1	6,0%	320			13,6		
		2	5081	3856	28%	11,5	11,4	2%	2	1556	2767	61%	9,2	17%	2	2728	2058	66%	13,8	13,3	7%				
		3	2733			11,7			3	2152			9,9			3	3478			13,9					
		4	4424			11,0			4	5254			13,5			4	1706			11,8					

Figure A. 65 Béton B1 - Front de pénétration des ions chlorure et résultat d'écaillage

La hauteur du front de pénétration h des ions chlorure est déterminée par 5 mesures ponctuelles réparties sur la section en prenant soin d'éviter les zones non représentatives, en particulier les granulats.



### ❖ FORMULE B3 – FRONT DE PENETRATION

Les résultats détaillés de l'essai de détermination du front de pénétration des chlorures par colorimétrie sur les corps d'épreuve de la formule B3 sont réalisés tel que décrit en Annexe 9 à 56 et 302 cycles et sont présentés dans la Figure A. 66.

	Résultats à 56 cycles								Résultats à 302 cycles																																			
	essai	écaillage (g/m <sup>2</sup> )	Front de pénétration des ions Cl <sup>-</sup> (mm)						essai	écaillage (g/m <sup>2</sup> )	Front de pénétration des ions Cl <sup>-</sup> (mm)																																	
			Individuel <sup>(*)</sup>			4 corps épreuve <sup>(**)</sup>					Individuel <sup>(*)</sup>			4 corps épreuve <sup>(**)</sup>																														
			μ	σ	σ/μ	μ	σ	σ/μ			μ	σ	σ/μ	μ	σ	σ/μ																												
0% NaCl	3320	1 2 3 4	6 12 10 5	0 0 0 0				0,0											3306	1 2 3 4	39 34 77 66	0 0 0 0												0,0										
1% NaCl	3321	1 2 3 4	36 74 39 111	12,4 13,1 12,6 11,3	0,9 0,8 1,9 1,0	7% 6% 15% 9%	12,4	1,3	11%	3307	1 2 3 4	126 1005 2542 41	21,2 27,7 27,5 27,0	0,8 1,4 0,9 1,0	4% 5% 3% 4%	25,9	2,9	11%																										
2% NaCl	3322	1 2 3 4	72 186 100 184	14,2 10,8 13,4 12,9	1,2 1,0 2,4 0,9	8% 9% 18% 7%	12,8	1,9	15%	3308	1 2 3 4	89 1320 227 1230,28	26,3 27,0 26,1 26,7	0,9 1,0 2,1 1,0	4% 4% 8% 4%	26,5	1,3	5%																										
3% NaCl	3323	1 2 3 4	60 121 22 77	12,1 13,1 13,6 14,0	1,1 0,7 0,8 1,5	9% 5% 6% 10%	13,2	1,2	9%	3309	1 2 3 4	642 503 985 2800,58	27,1 29,0 27,9 28,5	1,5 1,9 0,5 0,9	6% 6% 2% 3%	28,1	1,4	5%																										
4% NaCl	3324	1 2 3 4	32 89 33 52	14,0 16,6 14,9 15,9	1,0 1,2 1,2 1,0	7% 7% 8% 6%	15,3	1,5	9%	3310	1 2 3 4	95 312 285 457,771	28,3 28,6 26,4 28,0	2,3 1,4 0,9 3,1	8% 5% 4% 11%	27,8	2,2	8%																										
5% NaCl	3325	1 2 3 4	59 113 41 32	14,6 13,8 17,7 13,7	1,0 0,5 0,4 1,4	7% 4% 2% 10%	15,0	1,9	13%	3311	1 2 3 4	122 463 1411 201,938	26,0 32,3 28,8 28,7	1,0 6,1 2,0 1,4	4% 19% 7% 5%	28,9	3,9	13%																										
7% NaCl	3326	1 2 3 4	38 27 47 67	16,4 15,6 15,3 16,0	1,9 2,0 1,0 1,0	12% 13% 7% 7%	15,8	1,5	10%	3312	1 2 3 4	167 122 226 181,754	28,5 26,5 26,3 27,2	0,8 1,0 1,3 1,5	3% 4% 5% 5%	27,1	1,4	5%																										

(\*) résultat individuel = moyenne de 8 mesures sur un corps d'épreuve (tous les 2 cm sur la section examinée)

(\*\*) résultat 4 corps d'épreuve = moyenne des 4x8 mesures sur les 4 corps d'épreuve

Figure A. 66 Béton B3 – Front de pénétration et écaillage à 56 et 302 cycles, en fonction du % de NaCl

### ❖ FORMULE B1 – EXTRACTION/DOSAGE

Un essai par extraction-dosage des ions chlorure a été appliqué sur un corps d'épreuve de chaque essai de la formule B1 (excepté l'essai n°3182 soumis à une solution d'eau déminéralisée).

Les prélèvements ont été réalisés sur l'éprouvette de plus faible valeur utilisée pour le calcul de la médiane. Les extractions sont définies dans l'Annexe 9 et permettent de tracer les profils de teneur en chlorures avec 3 ou 4 prélèvements. La Figure A. 67 reporte le détail des résultats d'essais par extraction dosage.

n° essai	% NaCl	nbre cycles	Ecaillage (g/m²)	Extraction		Dosage		n° essai	% NaCl	nbre cycles	Ecaillage (g/m²)	Extraction		Dosage		n° essai	% NaCl	nbre cycles	Ecaillage (g/m²)	Extraction		Dosage	
				épaisseur (mm)	Prof. moy. (mm)	Cl total (% du béton)	Cl libres (% du béton)					épaisseur (mm)	Prof. moy. (mm)	Cl total (% du béton)	Cl libres (% du béton)					épaisseur (mm)	Prof. moy. (mm)	Cl total (% du béton)	Cl libres (% du béton)
3172-2	3,0	14	42	3	1,5	0,26	0,24	3177-4	3,0	56	1051	3	1,5	0,07	0,06	3182	0,0	56		-	-	-	-
				3	6,5	0,01	0,00					4	8,0	0,02	0,01					-	-	-	-
				5	12,5	0,00	0,00					4	15,0	0,01	0,01					-	-	-	-
3173-3	3,0	28	148	-	-	-	-	3178-1	3,0	56	1806	3	21,5	0,00	0,00	3183-1	1,5	56	4292	3	1,5	0,10	0,07
				4	2,0	0,29	0,27					2	1,0	0,10	0,09					3	7,5	0,06	0,05
				5	8,5	0,04	0,04					3	6,5	0,08	0,06					3	13,5	0,01	0,00
3174-2	3,0	42	2576	3	14,5	0,02	0,00	3179-2	3,0	56	3059	2	12,0	0,04	0,01	3184-3	3,0	56	4383	3	19,5	0,00	0,00
				3	1,5	0,17	0,15					3	17,5	0,01	0,00					2	1,0	0,11	0,08
				3	7,5	0,05	0,05					4	2,0	0,18	0,15					3	6,5	0,12	0,09
3175-1	3,0	56	3184	3	13,5	0,00	0,00	3180-1	3,0	56	2106	6	16,0	0,02	0,01	3185-4	6,0	56	2728	3	12,5	0,03	0,02
				3	19,5	0,00	0,00					3	23,5	0,00	0,00					3	18,5	0,00	0,00
				3	1,5	0,22	0,16					3	1,5	0,18	0,14					3	1,5	0,27	0,24
				3	7,5	0,22	0,17					3	7,5	0,11	0,08					3	7,5	0,13	0,11
				3	13,5	0,01	0,01					3	13,5	0,02	0,02					3	13,5	0,02	0,02
				3	19,5	0,00	0,00					3	19,5	0,00	0,00					3	18,5	0,00	0,00

Figure A. 67 Teneur en ions chlorure libres ou totaux en fonction de la profondeur de prélèvement

# Annexe 12

## LOI DE REPARTITION LOG-NORMALE DES RESULTATS D'ESSAI

Il est nécessaire de déterminer la loi de répartition de ces résultats pour deux raisons. D'une part, cela permet de qualifier précisément la dispersion des résultats. D'autre part, si ces résultats ne sont pas répartis selon une loi normale, il n'est pas possible d'appliquer les outils statistiques usuels comme l'application des coefficients de Student pour déterminer les fractiles d'une répartition avec une faible population.

Les 24 résultats individuels d'écaillage exposés à 56 cycles et à une solution de 3% de NaCl, obtenus pour les essais normalisés de la formule de béton B1 sont portés dans la Figure 2.40.

Ces 24 résultats ont été répartis dans un histogramme pour évaluer la forme de la répartition des masses écaillées. Pour faire apparaître nettement la répartition de la population étudiée, un nombre de classes compris entre 5 et 10 peut convenir. L'histogramme des 24 résultats obtenus avec la formule de béton B1 est présenté dans la Figure A. 68.

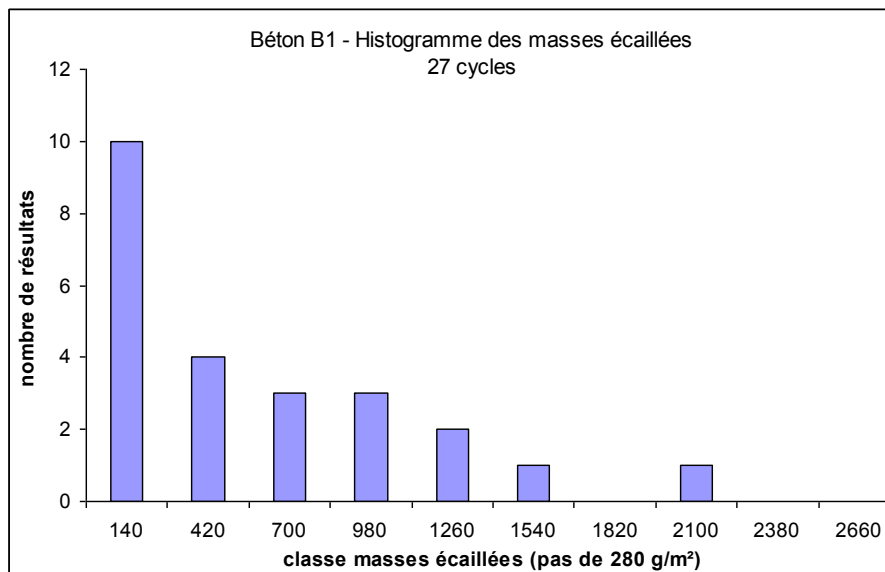


Figure A. 68 Béton B1 - Histogramme des résultats individuels d'écaillage à 27 cycles

Les caractéristiques majeures des histogrammes de répartition sont les suivantes :

- ils ne comprennent que des valeurs positives,
- dissymétrie de la répartition avec un nombre important de faibles valeurs et un faible nombre de valeurs élevées, cette dissymétrie se traduit par une valeur moyenne plus élevée que la valeur médiane,
- une grande amplitude des résultats par rapport à la valeur moyenne.

Ces caractéristiques sont représentatives d'une loi statistique log-normale, essentiellement utilisée en statistique quantitative. La corrélation entre une densité de probabilité suivant une loi log-normale et la répartition des résultats individuels d'écaillage a été étudiée sur les 24 corps d'épreuve de la formule B1 soumis à l'essai normalisé selon la norme XP P 18-420 (surface normalisée, 56 cycles et solution NaCl dosée à 3%).

La distribution aléatoire d'une variable aléatoire  $x$  est dite log-normale si la distribution de probabilité de la variable aléatoire  $y = \ln(x)$  est normale. Dans notre cas, si les résultats individuels d'écaillage suivent une loi log-normale, alors le logarithme népérien des résultats suit une loi normale.

Pour établir que le logarithme népérien des valeurs des résultats d'écaillage suit une loi normale, la méthode de la droite de Henry a été appliquée aux valeurs obtenus aux différents cycles. La Figure A. 69 présente la droite de Henry obtenue à 56 cycles. Le facteur de régression linéaire entre les quantiles de la loi centrée réduite et la droite correspondante est égal à  $R^2 = 95,3\%$ .

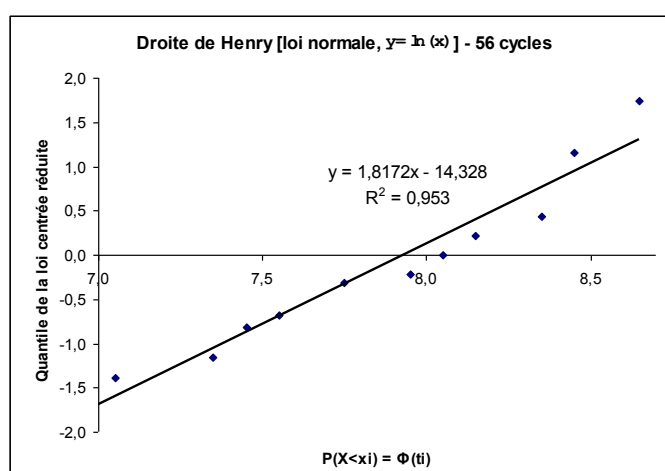


Figure A. 69 Détermination de la loi normale des valeurs log-normales selon la méthode de la droite de Henry

La droite obtenue permet de déterminer les caractéristiques de la loi normale centrée réduite correspondante au logarithme népérien des valeurs étudiées qui sont reportées dans la Figure A. 70.

Détermination des caractéristiques de la loi normale réduite depuis les droites de Henry								
Nombre de cycles	6	13	20	27	34	41	48	56
Moyenne	1,9	4,0	5,1	5,8	6,6	7,1	7,6	7,9
écart type	1,6	1,3	1,2	1,1	1,0	0,8	0,7	0,6
Régression linéaire ( $R^2$ )	99%	95%	98%	93%	97%	97%	98%	95%

Figure A. 70 Caractéristiques des loi normales réduites équivalentes depuis les droites de Henry

Pour l'ensemble des cycles, le facteur de régression linéaire entre les valeurs de répartition des quantiles et la droite de Henry est supérieur à 93%. Ce constat permet de valider la pertinence de la correspondance entre les résultats d'écaillage et la loi log-normale. Les lois normales réduites équivalentes obtenues sont tracées dans la Figure A. 71.

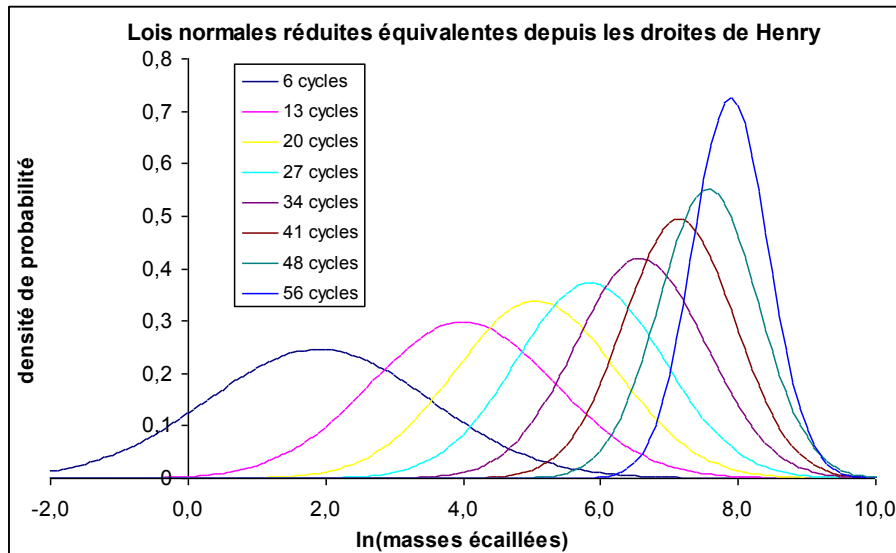


Figure A. 71 Représentation des lois normales réduites équivalentes

Les caractéristiques de la loi log-normale peuvent être évaluées depuis la connaissance de la moyenne  $\mu$  et de l'écart type  $\sigma$  de la loi normale correspondante. Si  $y = \ln(x)$  est une variable aléatoire normale ayant une moyenne  $\mu$  et un écart type  $\sigma$  connus, alors la fonction de densité de la variable  $x$  est déterminée par :

$$f(x; \mu, \sigma) = \frac{e^{-(\ln x - \mu)^2 / (2\sigma^2)}}{x\sigma\sqrt{2\pi}} \text{ si } x > 0, \text{ et } f(x) = 0 \text{ sinon}$$

Les caractéristiques de la loi log-normale  $X$  sont alors les suivantes :

$$\text{Moyenne } \mu_X = e^{\mu + \sigma^2/2}$$

$$\text{Moyenne géométrique } GM_X = e^\mu$$

et

$$\text{Écart type } \sigma_X = e^{\mu + \sigma^2} \cdot (1 - e^{-\sigma^2})^{1/2}$$

$$\text{Écart type géométrique } GSD_X = e^\sigma$$

Ce qui dans notre cas donne les résultats portés dans la Figure A. 72.

Loi de répartition log-normale : valeur moyenne et écart type								
Nombre de cycles	6	13	20	27	34	41	48	56
$GM_X$	7	54	157	347	719	1261	1926	2656
$GSD_X$	5,1	3,8	3,3	2,9	2,6	2,2	2,1	1,7
$\mu_X$	25	133	315	616	1132	1746	2502	3090
$\sigma_X$	90	297	549	904	1376	1674	2072	1838

Figure A. 72 Caractéristiques des loi log-normales

La loi log-normale obtenue à 56 cycles pour la formule de béton B1 est représentée dans la Figure A. 73.

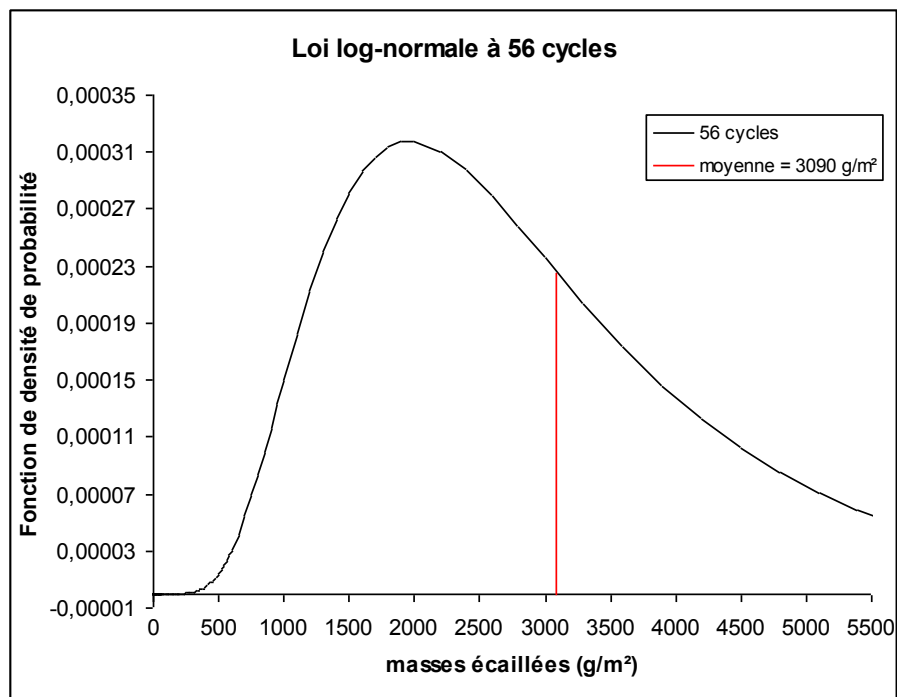


Figure A. 73 Béton B1 – Fonction de densité de probabilité des résultats à 56 cycles

# Annexe 13

## NOUVELLE INTERPRETATION DU RESULTAT D'ÉCAILLAGE

### ❖ METHODE ET PREMIERS RESULTATS ISSUS DES VALEURS BRUTES

La méthode d'essai amène naturellement à analyser le résultat d'essai à 56 cycles. Il s'agit alors d'analyser une quantité de masse écaillée à un nombre de cycles de gel-dégel fixé. Une autre approche du résultat est d'évaluer le nombre de cycles de gel-dégel nécessaires pour qu'un corps d'épreuve atteigne une valeur de masse d'écaillés fixée.

La masse d'écaillage pour réaliser cette étude doit être au maximum égale à la valeur minimale obtenue sur l'ensemble des essais. Le calcul est donc effectué dans une première étape comme il suit :

- recherche de la valeur minimale à 56 cycles des résultats de mesure,
- détermination du nombre de cycles nécessaire aux autres échantillons pour atteindre cette valeur (par interpolation linéaire entre 7 cycles),
- calcul du nombre de cycles moyen pour atteindre cette valeur d'écaillage.

	Valeur d'écaillage retenue (g/m <sup>2</sup> )	Cycle auquel est atteinte la valeur d'écaillage retenue			
		Moyenne	Médiane	Écart type	Variation
Béton B3 (16 résultats)	13	17,9	14,5	12,9	72%
Béton B2 (16 résultats)	54	34,9	34,5	10,4	29%
Béton B1 (24 résultats)	927	36,6	36,5	10,5	30%

Figure A. 74 Calcul d'un nombre moyen de cycles pour atteindre une quantité de masse écaillée

Ces premiers résultats (voir Figure A. 74) indiquent a priori une répartition normale pour les campagnes des bétons B1 et B2, car la médiane et la moyenne sont sensiblement égales. Bien qu'il soit plus faible que lors de l'interprétation traditionnelle, le coefficient de variation est élevé avec un ordre de grandeur de 30% pour ces deux campagnes.

Pour la campagne sur le béton B3, il apparaît que les très faibles valeurs ne sont pas réparties selon une loi normale.

### ❖ DETAIL DES CALCULS DE L'ANAYSE STATISTIQUE DE LA FORMULE DE BETON B1

Le détail des calculs pour réaliser cette analyse statistique est présenté pour la formule de béton B1 et une valeur fixée de 927 g/m<sup>2</sup>, qui est la valeur d'écaillage minimale obtenu pour ces 24 résultats. La Figure A. 75 recueille l'ensemble des masses cumulées d'écaillage pour 6-13-20-27-34-41-48 et 56 cycles. Il permet de déterminer par interpolation linéaire le nombre de cycles pour lequel la masse de 927 g/m<sup>2</sup> est atteinte.

n°essai	Identification du nombre de cycles pour un écaillage de 927 g/m <sup>2</sup>								Cycles
	6	13	20	27	34	41	48	56	
3175-1	3	10	50	202	604	1378	2133	3184	37
3175-2	17	88	598	1323	2374	3558	4396	5481	24
3175-3	9	38	108	287	701	1287	1918	2733	37
3175-4	12	36	155	580	1477	2462	3430	4424	30
3177-1	2	17	80	180	331	539	856	1364	49
3177-2	4	15	45	104	207	377	588	927	56
3177-3	3	19	76	219	449	879	1350	2023	42
3177-4	2	14	46	118	238	463	695	1051	53
3178-1	1	13	62	121	350	681	1175	1806	45
3178-2	1	19	97	236	491	792	1142	1618	44
3178-3	10	95	251	423	814	1266	1960	2954	36
3178-4	69	342	672	1001	1523	2294	3150	4135	26
3179-1	18	116	342	713	1187	1911	2825	3875	31
3179-2	21	109	292	547	903	1421	2119	3059	35
3179-3	11	35	101	189	450	898	1634	2693	42
3179-4	4	18	139	392	981	1851	2749	3871	34
3180-1	1	7	41	130	292	618	1166	2106	45
3180-2	5	21	54	114	220	445	828	1556	49
3180-3	5	21	57	111	247	571	1118	2152	46
3180-4	29	365	979	1658	2514	3101	4034	5254	20
3184-1	45	191	433	919	1677	2556	3346	4133	28
3184-2	39	231	584	1058	1863	2766	3844	4383	26
3184-3	23	145	521	1206	1942	2735	3501	4224	25
3184-4	74	442	1067	2022	2883	3634	4436	5197	19

Figure A. 75 Béton B1 - Identification du nombre de cycles nécessaire pour atteindre une valeur de masse écaillée de 927 g/m<sup>2</sup>

La moyenne des valeurs brutes du nombre de cycle pour l'ensemble des 24 résultats est de 36,6 soit 37 cycles.

Les 24 valeurs de cycles obtenues sont reportées dans un histogramme de répartition qui permet de calculer les quantiles de répartition, de tracer la droite de Henry et de déterminer la moyenne et l'écart type de la loi normale correspondante.

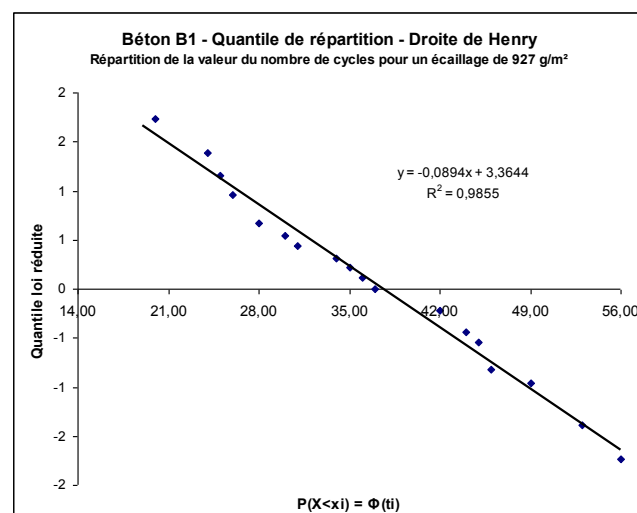


Figure A. 76 Béton B1 – Analyse statistique du nombre de cycles nécessaires pour obtenir un écaillage de 927 g/m<sup>2</sup>

Dans le cas du béton B1, avec une valeur d'écaillage fixée à 927 g/m<sup>2</sup> tel que présenté sur la Figure A. 76, les paramètres de la loi normale associée sont les suivants :

- écart type  $\sigma = 1/0,0894 = 11,2$ , valeur retenue 11
- moyenne  $\mu = 3,3644 \times \sigma = 37,6$ , valeur retenue 38



La même démarche appliquée pour des valeurs de masses écaillées de 600 et 200 g/m<sup>2</sup> permet d'obtenir les résultats de la Figure A. 77. On reporte également dans ce tableau les valeurs moyennes, l'écart type et le coefficient de variation obtenu pour chaque résultat d'essai composé de 4 résultats individuels. Pour l'ensemble des résultats de 4 essais individuels, le coefficient de variation est compris entre 8 et 40%. Ces valeurs sont à comparer à l'interprétation classique du résultat d'essai du tableau de la Figure 2.38 qui présente des valeurs plus élevées et comprises entre 11 et 61%.

	n°essai	3175				3177				3178				3179				3180				3184			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
927 g/m <sup>2</sup>	Cycles	37	24	37	30	49	56	42	53	45	44	36	26	31	35	42	34	45	49	46	20	28	26	25	19
	μ	32				50				38				36				40				25			
	σ	6				6				9				5				13				4			
	σ/μ	20%				12%				23%				13%				34%				16%			
600 g/m <sup>2</sup>	Cycles	49	46	43	44	37	40	37	41	42	37	33	31	29	34	30	25	23	19	21	21	28	15	16	21
	μ	46				39				36				30				21				20			
	σ	3				2				5				4				2				6			
	σ/μ	6%				5%				14%				13%				8%				30%			
200 g/m <sup>2</sup>	Cycles	34	32	28	33	26	30	27	31	32	28	24	18	17	27	22	16	14	10	15	12	21	9	10	15
	μ	32				29				26				21				13				14			
	σ	3				2				6				5				2				6			
	σ/μ	8%				8%				23%				25%				17%				40%			

Figure A. 77 Identification du nombre de cycles nécessaires pour obtenir une valeur fixée de masse écaillée à 927, 600 et 200 g/m<sup>2</sup>

Les droites de Henry sont déterminées pour les valeurs de masses écaillées fixées à 600 et 200 g/m<sup>2</sup> dans les graphes de la Figure A. 78.

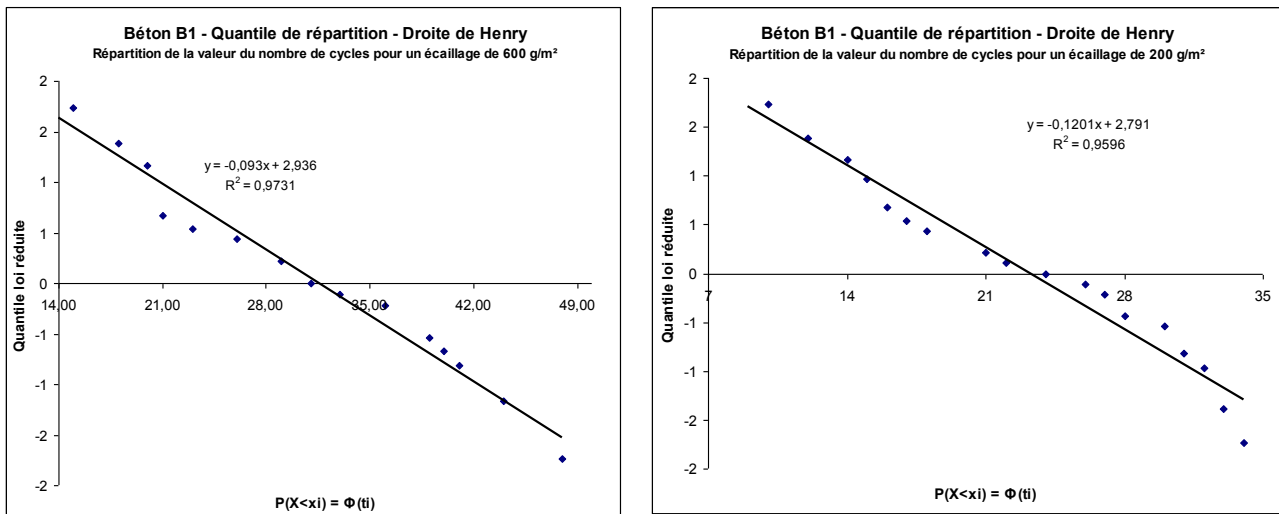


Figure A. 78 Béton B1 – Analyse statistique du nombre de cycles nécessaires pour un écaillage de 600 et de 200 g/m<sup>2</sup>

Les paramètres des lois normales associées sont les suivants :

- pour un écaillage de 600 g/m<sup>2</sup>, μ = 31,6 et σ = 10,7
- pour un écaillage de 200 g/m<sup>2</sup>, μ = 23,2 et σ = 8,3.

## ❖ DETAIL DES CALCULS DE L'ANALYSE STATISTIQUE DE LA FORMULE DE BETON B2

Le détail des calculs pour réaliser cette analyse statistique est présenté pour la formule de béton B2 et une valeur fixée de 54 g/m<sup>2</sup> qui est la valeur d'écaillage minimale obtenue pour ces 16 résultats. La Figure A. 79 recueille l'ensemble des masses cumulées d'écaillage pour 8-15-22-30-36-43-50 et 57 cycles. Il permet de déterminer par interpolation linéaire le nombre de cycles pour lequel la masse de 54 g/m<sup>2</sup> est atteinte.

Identification du nombre de cycles pour un écaillage de 54 g/m <sup>2</sup>									
n°essai	8	15	22	30	36	43	50	57	cycles
3225-1	0	1	5	11	19	45	78	131	45
3225-2	1	4	16	42	65	97	138	154	34
3225-3	2	12	34	79	127	140	149	151	26
3225-4	2	8	29	73	99	154	210	274	26
3227-1	1	3	9	21	51	134	217	234	37
3227-2	2	10	28	47	76	122	182	212	32
3227-3	1	3	6	12	15	28	43	72	53
3227-4	3	7	12	19	35	60	102	115	42
3228-1	5	25	44	89	120	142	144	145	24
3228-2	6	7	9	12	15	20	39	55	56
3228-3	2	11	22	42	114	152	220	305	32
3228-4	5	21	58	107	175	236	247	252	22
3229-1	0	2	10	26	46	80	105	112	38
3229-2	2	6	16	34	66	127	181	204	35
3229-3	2	6	16	29	62	112	128	136	36
3229-4	7	32	65	100	152	194	206	207	20

Figure A. 79 Béton B2 - Identification du nombre de cycles nécessaire pour atteindre une valeur de masse écaillée de 54 g/m<sup>2</sup>

La moyenne des valeurs brutes du nombre de cycles pour l'ensemble des 16 résultats est de 34,9 soit 35 cycles. Les 16 valeurs de cycles obtenues sont reportées dans un histogramme de répartition qui permet de calculer les quantiles de répartition, de tracer la droite de Henry et de déterminer la moyenne et l'écart type de la loi normale correspondante.

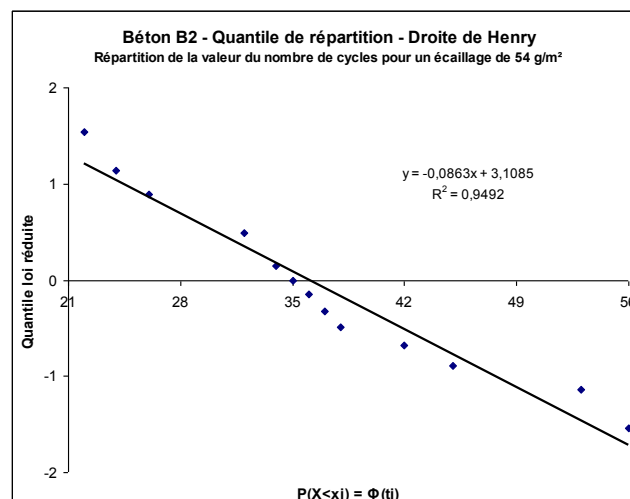


Figure A. 80 Béton B2 – Analyse statistique du nombre de cycles nécessaires pour un écaillage de 54 g/m<sup>2</sup>

Dans le cas du béton B2 avec une valeur d'écaillage fixée à 54 g/m<sup>2</sup>, tel que présenté dans la Figure A. 80, les paramètres de la loi normale associée sont une moyenne  $\mu = 36,0$  et un écart type de  $\sigma = 11,6$ .

## ❖ DETAIL DES CALCULS DE L'ANAYSE STATISTIQUE DE LA FORMULE DE BETON B3

Le détail des calculs pour réaliser cette analyse statistique est présenté pour la formule de béton B3. La valeur initialement fixée à 13 g/m<sup>2</sup> qui est la valeur d'écaillage minimale obtenu pour ces 16 résultats n'a pas permis de vérifier l'adéquation des résultats à une loi normale. La Figure A. 81 recueille l'ensemble des masses cumulées d'écaillage 7-14-21-28-35-42-50 et 56 cycles. Il permet de déterminer par interpolation linéaire le nombre de cycle pour lequel la masse de 13 g/m<sup>2</sup> est atteinte.

n°essai	Identification du nombre de cycles pour un écaillage de 13 g/m <sup>2</sup>								
	7	14	21	28	35	42	50	56	Cycles
3302-1	5	8	9	10	11	15	20	26	39
3302-2	8	10	13	16	23	38	79	95	22
3302-3	10	18	25	35	46	59	80	104	10
3302-4	5	11	14	18	25	33	48	73	18
3309-1	9	16	23	24	29	36	42	48	11
3309-2	8	12	24	30	35	43	48	57	15
3309-3	6	11	27	36	43	59	69	95	15
3309-4	5	39	54	67	79	100	148	185	9
3316-1	6	12	15	21	35	59	82	122	17
3316-2	4	6	7	8	10	11	12	13	56
3316-3	12	13	14	17	20	22	24	27	14
3316-4	1	21	33	40	47	57	76	96	12
3323-1	13	23	30	34	38	41	48	60	8
3323-2	7	19	27	29	37	64	109	121	11
3323-3	8	11	12	16	17	18	20	22	23
3323-4	17	22	25	29	37	45	62	77	6

Figure A. 81 Béton B3 - Identification du nombre de cycles nécessaire pour atteindre une valeur de masse écaillée de 13 g/m<sup>2</sup>

La moyenne des valeurs brutes du nombre de cycle pour l'ensemble des 16 résultats est de 17,9 cycles mais la médiane de ces valeurs est de 14,5 cycles. Les valeurs présentent donc une légère dissymétrie.

Toutefois, les 16 valeurs de cycles obtenues sont reportées dans un histogramme de répartition qui permet de calculer les quantile de répartition, de tracer la droite de Henry.

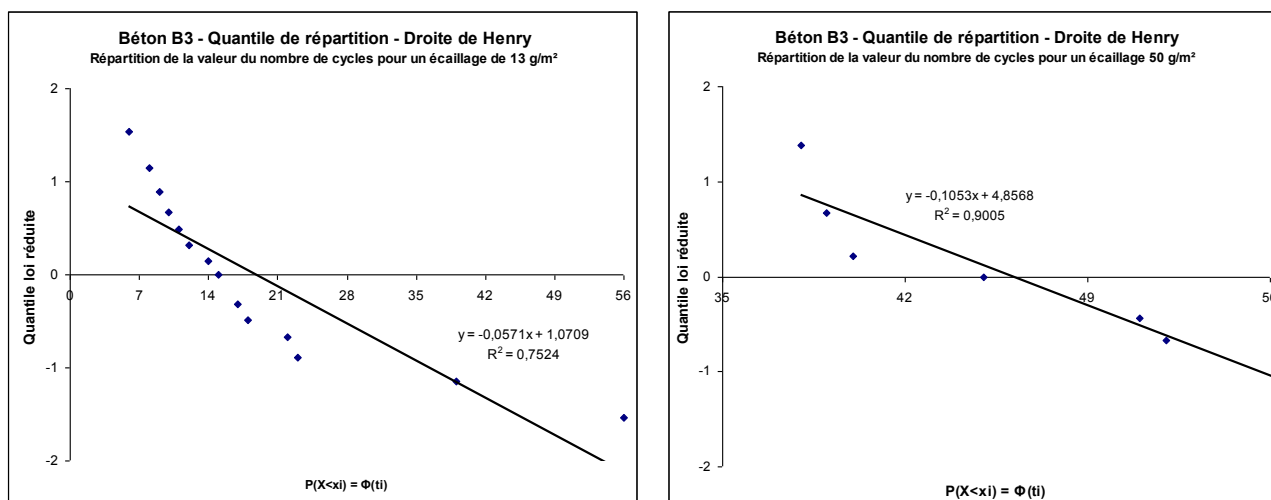


Figure A. 82 Béton B3 – Analyse statistique du nombre de cycles nécessaires pour un écaillage de 13 et de 50 g/m<sup>2</sup>

Le coefficient de régression linéaire de la droite issue d'un calcul avec un écaillage fixé à 13 g/m<sup>2</sup> est de 75% ce qui ne permet pas de prendre en compte le résultat obtenu comme adéquat à une répartition normale. Cependant en supprimant les valeurs les plus faibles et en ne conservant que les valeurs supérieures à 50 g/m<sup>2</sup>, on obtient un coefficient de régression de 90% cette valeur est légèrement faible mais permet de prendre en compte la distribution comme adéquate à une loi normale d'une moyenne  $\mu = 37,6$  et un écart type de  $\sigma = 11,2$ .

Les droites de Henry déterminées avec une masse écaillée fixée à 13 g/m<sup>2</sup> puis à 50 g/m<sup>2</sup> sont portées dans les graphes de la Figure A. 82.



# **Annexe 14**

## **FICHE TECHNIQUE PRODUIT DU SIKA AER SOLID**

Notice technique  
Edition Septembre 2009  
Numéro 260  
Version 207.2009  
SIKA AER SOLID

## SIKA AER SOLID

Additif pour béton résistant au gel/dégel et à l'écaillage



<b>Présentation</b>	SIKA AER SOLID est un produit solide permettant d'entraîner artificiellement de l'air afin de rendre les bétons ou les mortiers résistants au gel-dégel et à l'écaillage. SIKA AER solid se présente sous la forme de billes cylindriques de couleur blanche.
<b>Domaines d'application</b>	SIKA AER SOLID permet en centrale de béton prêt à l'emploi et en usine de préfabrication de : <ul style="list-style-type: none"> <li>■ formuler des bétons résistant au gel-dégel et à l'écaillage répondant aux classes d'exposition XF1, XF2, XF3, XF4 de l'EN 206-1,</li> <li>■ développer un réseau de bulles d'air avec facteur d'espacement &lt; 200µm,</li> </ul> <p>SIKA AER SOLID est compatible avec des bétons de consistance terre humide à Autoplaçant et de toute classe de résistance.</p>
<b>Caractères généraux</b>	SIKA AER SOLID est constitué de micro billes de plastiques élastiques qui procurent les avantages suivants par rapport aux entraîneurs d'air classiques : <ul style="list-style-type: none"> <li>■ conservation des résistances mécaniques par rapport au béton témoin sans air occlus,</li> <li>■ réduction de l'absorption capillaire comparativement à béton avec air entraîné,</li> <li>■ suppression des variations d'air occlus inhérentes aux variations de qualité des constituants du béton et des conditions de fabrication (température),</li> <li>■ durabilité au gel-dégel même pour les bétons ou mortier pour lesquels il est difficile d'entraîner de l'air tels que les Bétons Auto Plaçants ou les bétons contenant des cendres volantes.</li> </ul>
<b>Caractéristiques</b>	
<b>Aspect</b>	Micro billes creuses de couleur blanche
<b>Conditionnement</b>	Sac de 2 kg (4 sacs par boîte et 12 boîtes par palette)
<b>Conservation</b>	Peut être conservé 2 ans, dans un local fermé à l'abri du gel et de l'humidité.
<b>Données techniques</b>	
<b>densité apparente</b>	0,2 kg/m <sup>3</sup>
<b>Teneur en Na<sub>2</sub>O Eq.</b>	≤ 0,02 %
<b>Conditions d'application</b>	
<b>Consommation / Dosage</b>	Dosage usuel de 2 à 3 kg/m <sup>3</sup> Dosage préconisé de 7 kg/m <sup>3</sup> pour le béton projeté.
<b>Mise en œuvre</b>	SIKA AER SOLID est introduit à sec avec les granulats.
<b>Précautions d'emploi</b>	Consulter la fiche de données de sécurité accessible sur Internet <a href="http://www.sika.fr">www.sika.fr</a>



# Construction

## Mentions légales

Produit réservé à un usage strictement professionnel

Nos produits bénéficient d'une assurance de responsabilité civile.  
«Les informations sur la présente notice, et en particulier les recommandations relatives à l'application et à l'utilisation finale des produits SIKA, sont fournies en toute bonne foi et se fondent sur la connaissance et l'expérience que la Société SIKA a acquises à ce jour de ses produits lorsqu'ils ont été convenablement stockés, manipulés et appliqués dans des conditions normales. En pratique, les différences entre matériaux, substrats et conditions spécifiques sur site sont telles que ces informations ou toute recommandation écrite ou conseil donné n'impliquent aucune garantie de qualité marchande autre que la garantie légale contre les vices cachés. Nos agences sont à votre disposition pour toute précision complémentaire. Notre responsabilité ne saurait d'aucune manière être engagée dans l'hypothèse d'une application non conforme à nos renseignements. Les droits de propriété détenus par des tiers doivent impérativement être respectés. Toutes les commandes sont acceptées sous réserve de nos Conditions de Vente et de Livraison en vigueur. Les utilisateurs doivent impérativement consulter la version la plus récente de la fiche technique correspondant au produit concerné, qui leur sera remise sur demande.»



Sika France S.A.  
84, rue Edouard Vaillant – BP 104  
93351 Le Bourget Cedex  
France

Tel. : 01 49 92 80 00  
Fax : 01 49 92 80 21  
[www.sika.fr](http://www.sika.fr)