

**Université Lille 1 - Sciences et Technologies**  
**Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR CNRS 8107)**  
**Ecole Doctorale régionale Sciences Pour l'Ingénieur Lille**  
**Nord-de-France**

Année 2016 - N° d'ordre : 42283

**THESE**

Pour obtenir le grade de  
**Docteur de L'Université Lille 1 - Sciences et Technologies**

Discipline : Génie Civil

Présentée par

**Ling LI**

**Etude de la fissuration engendrée par le séchage dans les  
matériaux cimentaires : influence des inclusions**

Soutenue publiquement le 16 décembre 2016 devant le jury composé de :

<b>M. Dashnor HOXHA, Professeur, Université d'Orléan</b>	<b>Présidente du jury</b>
<b>M. Farid BENBOUDJEMA, Professeur, ENS Cachan</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>M. Yann MALECOT, Professeur, Université Grenoble Alpes</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>Mme Yun JIA, Maître de conférences, Université Lille 1</b>	<b>Co-encadrant</b>
<b>M. Thomas ROUGELOT, Maître de conférences, Université Lille 1</b>	<b>Co-encadrant</b>
<b>M. Nicolas BURLION, Professeur, Université Lille 1</b>	<b>Directeur de Thèse</b>



## Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Mécanique de Lille et avec l'aide financière de CSC (China Scholarship Council). Je souhaite exprimer mes remerciements à tous les gens qui m'ont soutenu, qui m'ont aidé et qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse Monsieur Nicolas Burlion, qui m'a bien accueilli au sein de son équipe de recherche et m'a offert un cadre propice au bon déroulement de ce travail de recherche. Je le remercie également pour son orientation, sa disponibilité et ses précieux conseils.

Je tiens de même à remercier mes co-encadrants Madame Yun Jia et Monsieur Thomas Rougelot, qui m'ont fait profiter de leurs nombreuses connaissances scientifiques et leur expérience. Leur indulgence et leurs encouragements m'ont apporté du soutien. Je les remercie également pour leur soutien et leurs conseils très précieux tout au long de mon travail, ainsi que pour le temps qu'ils y ont consacré.

Je remercie également Monsieur Jian-fu Shao, qui m'a bien accueilli au sein du Laboratoire de Mécanique de Lille, sans qui je n'aurais pu avoir la chance de faire la thèse à ici. Sa profonde connaissance m'inspire aussi.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à l'ensemble des membres du jury de thèse. Monsieur Dashnor Hoxha m'a fait l'honneur de présider ce jury. Qu'il trouve ici l'expression de toute ma gratitude. Monsieur Farid Benboudjema et Yann Malecot ont accepté la tâche ardue d'être rapporteurs de ce mémoire, je les en remercie sincèrement.

J'exprime toute ma gratitude à l'ensemble des personnels de Polytech Lille, de l'Ecole Centrale de Lille, du Laboratoire de Mécanique de Lille, et de l'Université de Lorraine, tant pour le soutien moral que technique qu'ils ont pu m'apporter, ainsi que des explications détaillées au cours du travail de recherche, dont notamment Hanbin Bian dans la partie numérique à propos de l'interface, et Jean-Pierre Parent, Grégory Hauss, Shouyi Xie, Jean Secq dans la partie expérimentale.

Je remercie également tous mes collègues et amis pour leurs encouragements et leur aide ainsi que leur amitié non seulement dans l'étude, mais aussi dans la vie, et en particulier Zaobao Liu, Yu Zhang, Mingyao Li, Lifeng Zheng, Tao Zeng, Yun Huang, Dawei Hu, Chi Yao, Yuanyuan Zheng, Wanqing Shen, Christian Bikong, Mahdi Khadra, Qier Wu, Yue Liang, He Yang, Xiaotian Zhang, Caifeng Jin, Emma Lanoye, Hamid Ghorbanbeigi, Mahban Sadat Hosseini, Mei Qi, Lin Liu, Xiang Zhang, Yulong Zhang, Yajun Cao, Bei Han.

Enfin, je remercie à ma famille qui n'a pas cessé de me soutenir, surtout mon mari Taogen Liu, qui m'a beaucoup aidé dans mon étude et m'a donné une belle vie.



## Table des matières

<b>Table des matières</b> .....	<b>1</b>
<b>Résumé</b> .....	<b>5</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>7</b>
<b>Introduction générale</b> .....	<b>9</b>
<b>Chapitre 1 Structure, comportement hydrique et mécanique des matériaux cimentaires : état de l'art</b> .....	<b>13</b>
Introduction .....	13
1.1 Structuration des matériaux cimentaires .....	13
1.1.1 Hydratation du ciment et structure de C-S-H.....	13
1.1.2 Structure poreuse du ciment hydraté .....	15
1.1.3 Eau dans la pâte de ciment hydratée .....	16
1.1.4 Interface pâte/granulat.....	17
1.2 Caractérisation hydrique et mécanique des matériaux cimentaires .....	18
1.2.1 Mécanismes de base associés .....	19
1.2.2 Séchage des matériaux cimentaires.....	21
1.2.3 Retrait de dessiccation des matériaux cimentaires .....	21
1.2.4 Fissuration induite par le séchage dans les matériaux cimentaires .....	23
1.2.4.1 Effet du séchage .....	24
1.2.4.2 Contribution de divers facteurs à la fissuration.....	26
1.2.5 Isothermes de désorption de vapeur d'eau .....	31
1.2.5.1 Principes des isothermes d'adsorption .....	32
1.2.5.2 Modèle de l'isothermes de désorption de vapeur d'eau.....	32
1.2.6 Transferts d'humidité en milieu poreux .....	33
1.2.7 Effet de la dessiccation sur le comportement mécanique .....	35
1.2.8 Le comportement mécanique du béton .....	37
Conclusions .....	39
<b>Chapitre 2 Etude du séchage et fissuration de matériaux cimentaires par microtomographie à rayons X et comportement mécanique triaxial</b> .....	<b>41</b>
Introduction .....	41
2.1 Microtomographie par rayons X .....	41
2.1.1 Principes généraux de la microtomographie .....	41

2.1.2 Dispositif et procédure expérimentale d'une tomographie .....	42
2.1.3 Artefacts et remèdes .....	43
2.1.3.1 Durcissement de faisceau .....	44
2.1.3.2 Artefacts en anneaux .....	45
2.1.3.3 Points chauds et la diffusion des photons X.....	46
2.1.3.4 Aliasing .....	47
2.1.4 Utilisation de la microtomographie par rayons X pour les matériaux cimentaires .	48
2.2 Méthodes et outils pour l'analyse d'image .....	49
2.2.1 Filtre d'image .....	49
2.2.2 Recalage d'histogramme .....	51
2.2.3 Recalage d'images.....	52
2.3 Protocoles expérimentaux .....	53
2.3.1 Choix des matériaux testés .....	53
2.3.2 Processus de séchage.....	56
2.3.3 Acquisition microtomographique.....	58
2.3.4 Procédure de traitement d'images .....	59
2.4 Résultats expérimentaux .....	61
2.4.1 Observation pour les éprouvettes C05 et M05 .....	61
2.4.2 Identification du réseau de fissures pour l'éprouvette C05 .....	64
2.4.3 Observation pour les éprouvettes de composites ciment-billes .....	66
2.4.4 Identification du réseau de fissures pour les composites ciment-billes .....	78
2.4.5 Analyse quantitative de la fissuration pour les composites ciment-billes.....	87
2.5 Essais mécaniques menés sur la pâte de ciment.....	95
2.5.1 Dispositif et procédure expérimentale.....	95
2.5.2 Résultats des essais mécaniques.....	97
Conclusions .....	101
<b>Chapitre 3 Modélisation numérique de la fissuration induite par le séchage des matériaux cimentaires.....</b>	<b>103</b>
Introduction .....	103
3.1 Formulation d'un modèle élastoplastique couplé à l'endommagement isotrope .....	103
3.1.1 Critères d'endommagement .....	105
3.1.2 Caractérisation de la plasticité.....	106
3.1.3 Couplage entre la plasticité et l'endommagement .....	107
3.2 Présentation du modèle spécifique .....	107
3.2.1 Critères d'endommagement .....	107

3.2.2 Formulation de la plasticité .....	108
3.2.3 Couplage de l'endommagement et la plasticité.....	109
3.2.4 Identification des paramètres du modèle proposé .....	111
3.2.5 Simulation numérique des essais triaxiaux .....	113
3.2.6 Influence des paramètres .....	115
3.3 Simulation numérique du processus de séchage .....	117
3.3.1 Extension du modèle proposé aux conditions non saturées .....	118
3.3.2 Equation de couplage hydromécanique en milieu poreux partiellement saturé....	119
3.3.3 Conditions aux limites.....	120
3.4 Résultats numériques.....	123
3.4.1 Pression du liquide .....	123
3.4.2 Saturation en eau .....	125
3.4.3 Contraintes .....	125
3.4.4 Endommagement et zone plastique.....	129
3.5 Etude paramétrique .....	130
3.5.1 Influence du comportement de la matrice .....	131
3.5.2 Influence du module d'Young des inclusions.....	134
3.5.3 Influence de la courbe de désorption d'eau.....	139
3.5.4 Influence du type de restriction .....	143
Conclusions .....	145
<b>Conclusions générales et perspectives .....</b>	<b>147</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>151</b>
<b>Annexe I .....</b>	<b>163</b>
<b>Annexe II.....</b>	<b>166</b>
<b>Annexe III .....</b>	<b>167</b>



## Résumé

Le séchage de matériaux cimentaires conduit à des microfissures, en particulier liées à la présence d'agrégats empêchant un retrait libre de la pâte de ciment, ce qui a des conséquences importantes sur les propriétés mécaniques et de transport. Dans le contexte de la durabilité des matériaux cimentaires, la microfissuration est un des aspects les plus importants sur la dégradation des propriétés mécaniques. L'objectif de cette étude est d'analyser l'évolution de la microfissuration des matériaux cimentaires au cours du séchage et de mieux comprendre les mécanismes associés. Ce travail présente une étude à la fois expérimentale et de simulation numérique sur la microfissuration due au séchage dans les matériaux cimentaires.

Les expériences réalisées dans cette thèse se focalisent sur la pâte de ciment, le mortier et les composites cimentaires, afin d'étudier l'effet du séchage et le rôle des granulats. L'étude de la structure interne et la propagation des fissures est menée par microtomographie par rayons X. Les influences de la rigidité et de l'état de surface d'inclusions sur l'apparition de la fissuration sont mises en évidence. En se basant sur l'observation microtomographique, les caractéristiques de la fissuration telles que la quantité, la distribution et la connectivité des fissures sous différentes conditions de séchage sont analysées. D'autre part, une série d'essais mécaniques est mise en œuvre sur la pâte de ciment pour comprendre le comportement mécanique de ce matériau et servir à l'identification des paramètres du modèle dans l'étude numérique développée dans le cadre de cette thèse.

Des modélisations numériques sont alors proposées afin d'investiguer les mécanismes associés à la microfissuration observée expérimentalement. Ces modélisations sont réalisées dans le cadre de la poromécanique des milieux partiellement saturés, et le matériau est considéré comme biphasique : des inclusions noyées dans une matrice poreuse cimentaire (modèles élasto-plastique et endommagement). Les résultats de la simulation numérique permettent d'accéder à la distribution des contraintes et reproduisent la fissuration observée sous microtomographie. L'influence du comportement de la matrice et de la rigidité des inclusions est en particulier étudiée au travers d'une série d'études paramétriques.

**Mots-clés :** matériaux cimentaires, séchage, microfissuration, microtomographie par rayons X, état de surface, inclusions, hydromécanique, élastoplastique, endommagement



## Abstract

Drying process of cementitious materials leads to microcracks, especially related to the presence of aggregates preventing the free shrinkage of cement paste, which has important consequences on transport and mechanical properties. In the context of durability of cementitious materials, cracking is one of the most important aspects on the deterioration of mechanical properties. The aim of this study is to investigate the evolution of microcracking of cementitious materials during drying and better understand the associated mechanisms. This work presents both an experimental study and a numerical simulation of drying shrinkage microcracking in cementitious materials.

The experiments in this thesis focus on the cement paste, mortar, and cementitious composites, in order to study the effect of drying and the role of the aggregates. The study of the internal structure and crack propagation is conducted by X-ray microtomography. The influences of the stiffness and the surface roughness of inclusions on the occurrence of cracking are highlighted. Based on the observation microtomographic, the characteristics of cracking as the quantity, distribution and connectivity of cracks in different drying conditions are analyzed. Moreover, a series of mechanical tests is performed on the cement paste to understand the mechanical behaviour of this material and to use for identification of the model parameters in the numerical study developed in the framework of this thesis.

Numerical models are then proposed to investigate the mechanisms associated with experimentally observed microcracks. These modellings are performed under the framework of poromechanics in partially saturated medium, and the material is considered as biphasic: the inclusions embedded in a porous cement matrix (elastoplastic and damage models). The results of numerical simulations allow access to the stress distribution and reproduce the observed cracking under microtomography. The influences of matrix behaviour and stiffness of inclusion are in particular studied through a series of parametric studies.

**Key-words:** cementitious materials, drying, microcracking, X-ray microtomography, surface roughness, inclusions, hydromechanic, elastoplastic, damage



## Introduction générale

Les matériaux à matrice cimentaire sont largement utilisés dans les travaux de génie civil, comme les bâtiments, les constructions, les infrastructures, l'industrie nucléaire (pour le stockage des déchets radioactifs), etc... Ces matériaux exposés dans l'environnement durant leur durée de vie sont généralement soumis à diverses conditions couplées telles que des charges mécaniques, la désaturation ou résaturation, la variation de la température et des dégradations chimiques. La durabilité des matériaux cimentaires est l'un des sujets les plus importants depuis plusieurs années. Les propriétés physiques et mécaniques des matériaux et les sollicitations multi-physiques et couplées auxquelles ils sont soumis font l'objet de nombreuses études actuellement. L'humidité de l'air ambiant évolue avec le climat à tout moment. Le séchage ou l'humidification d'une structure en béton est un cas commun pour la plupart des structures de béton au cours de leur vie. L'auto-dessiccation due à l'hydratation du ciment peut engendrer le retrait au jeune âge (Acker 2001). Une fois le durcissement du béton terminé (ou au moins suffisamment avancé), la répartition de l'humidité devient non uniforme à cause du séchage de surface (Hedenblad 1997) ou à de la resaturation. Ce processus de séchage/imbibition a une influence importante sur le comportement mécanique du béton (variation dimensionnelles, fissuration, ...). Dans ces conditions climatiques, les matériaux cimentaires peuvent avoir de nombreuses fissures sans chargement mécanique direct. La performance des pâtes de ciment et des bétons est contrôlée par leur microstructure. La présence de fissures peut modifier le réseau de pores et avoir une influence sur la perméabilité, les transferts d'eau et d'espèces chimiques (Bažant et al. 1986, Wong et al. 2009). Le réseau des fissures joue un rôle crucial dans les interactions avec l'environnement qui déterminent la durabilité. La fissuration peut contribuer à une perte globale de propriétés mécaniques (Yurtdas et al. 2004, Burlion et al. 2005). De ce fait, des investigations sur les processus de séchage et l'apparition des fissures doivent être menées : caractéristiques et facteurs affectant la fissuration, mécanisme de l'effet du séchage ainsi que quantification des microfissurations induites par le séchage sont des sujets importants.

Le matériau cimentaire est basé sur les composants essentiels que sont le ciment, l'eau, des granulats, d'éventuelles additions et/ou des adjuvants qui modifient les propriétés physiques et chimiques du mélange. Le béton manufacturé est un assemblage d'un squelette granulaire composé de sable et de graviers, avec un liant à base de ciment hydraté. Lorsque les granulats utilisés se réduisent à des sables, on parle alors de mortier. Tous ces composants jouent un rôle essentiel dans le comportement des ouvrages à matrice cimentaire. Etant donné la variation de ses constituants, l'hétérogénéité de sa structure microscopique et la complexité des contraintes mécaniques auxquelles ils sont soumis, les bétons ont un comportement difficile à prévoir. Quand on s'attache en particulier au rôle du squelette granulaire sur l'endommagement et la fissuration, la géométrie et la taille des inclusions ainsi que leur distribution sont des facteurs qui peuvent avoir des influences sur ce comportement mécanique. Il est difficile d'identifier les différents mécanismes et caractéristiques ainsi que leur interdépendance par exemple dans l'apparition et le développement de fissuration de séchage. Par conséquent, l'analyse préliminaire d'une structure simplifiée est une piste

raisonnable et plus facile à mettre en œuvre. Un matériau-modèle, basé sur l'idée d'un composite ciment-inclusions sphériques comme initialement proposé par Bisschop et van Mier (2002), sera envisagé. Pendant le processus de séchage d'un matériau cimentaire durci, le départ de l'eau provoque un retrait de dessiccation de la matrice cimentaire. La faible perméabilité des matériaux cimentaires induit des gradients hydriques importants qui provoquent un retrait différentiel de la matrice cimentaire et donc des différences de contraintes. En outre, les inclusions rigides empêchent la contraction libre de la matrice cimentaire. Lorsque la traction est supérieure à la résistance en traction du matériau, une fissuration est provoquée. L'amplitude des contraintes de traction est influencée par une combinaison de facteurs, y compris la quantité de retrait, le module d'élasticité, la quantité de fluage, ... (Neville 2000). Pour estimer la contribution de divers facteurs à la fissuration, certains travaux de recherches expérimentaux et numériques ont été menés par différents chercheurs : on pourra par exemple relever ceux associés à l'effet de structure (Colina et al. 2000, Bisschop et al. 2002, de Sa et al. 2008), la taille des agrégats (Bisschop et al. 2001, Lagier et al. 2011, Szczesniak et al. 2013, Peng 2009, Jin 2012), la fraction volumique (Grassl et al. 2010), le chargement externe (Sicard et al. 1992). Cependant, la recherche dans ce domaine n'est pas suffisante, d'autres facteurs importants n'ayant pas encore été étudiés ou pas à une échelle permettant de bien décrire les mécanismes mis en jeu. Les interfaces entre la matrice et les inclusions dans les composites cimentaires sont considérées comme des domaines ayant des propriétés mécaniques dégradées par rapport à la matrice cimentaire en pleine masse et cette zone particulière est appelée zone de transition interfaciale (ITZ). Les propriétés de l'ITZ peuvent affecter les caractéristiques de fissuration causée par le séchage. Le contraste entre le module d'Young d'agrégats et la matrice est aussi un paramètre important. Par conséquent, l'influence de la rigidité des inclusions et la rugosité de la surface de l'inclusion sur la fissuration sera plus précisément discuté dans cette étude. De ce fait, différents types de matériaux à matrice cimentaire sont utilisés dans ce travail pour une comparaison de l'influence de différentes inclusions.

Pour visualiser la microstructure, il existe déjà un grand nombre de techniques, par exemple, l'analyse acoustique d'émission (Shiotani et al. 2003), la thermographie infrarouge, l'imprégnation par une résine époxy fluorescente examinée par microscopie de fluorescence (Bisschop et al. 2002), ou encore la microscopie électronique à balayage environnemental. Ces technologies donnent une information partielle sur la microstructure des matériaux. Mais, la microscopie électronique à balayage est très limitée, particulièrement dans l'observation des régions proches de la surface des échantillons. Les méthodes par imprégnation ont également des limitations dans la profondeur d'observation de la surface de l'échantillon. Certaines de ces techniques sont de plus destructives, ne permettant le suivi de l'évolution d'un échantillon unique au cours d'une dégradation par exemple et peuvent conduire à des microfissures secondaires. Avec le développement de la technologie de détection et de traitement informatique, la microtomographie par rayons X (X- $\mu$ -CT) trouve de plus en plus d'applications. Cette application est relativement nouvelle et beaucoup plus d'informations peuvent être obtenues que par les techniques traditionnelles, cependant avec d'autres facteurs limitants (résolution, dimension des échantillons...). En raison de la haute résolution (de l'ordre du micromètre sur des tomographes standards de laboratoire et pour des échantillons millimétriques), de la possibilité de suivre l'évolution de la structure à différents stades de chargement ou dégradation et de la capacité à combiner cette analyse avec ses essais

mécaniques in situ, la microtomographie par rayons X devient une technique expérimentale très puissante dans la recherche de matériau à matrice cimentaire (Landis et al. 2003, Elaqua et al. 2007, Rougelot et al. 2010) comme l'étude microstructurale. Elle peut fournir la visualisation tridimensionnelle sur tout l'échantillon. Le processus de séchage, qui nous intéressera ici, conduit à des fissures, qui sont d'un intérêt particulier dans l'étude de l'endommagement et de la dégradation des matériaux. La microtomographie à rayons X offre la possibilité de visualiser la structure interne complète d'un matériau d'une manière non destructive et d'estimer l'évolution de la structure comme la propagation des fissures. Cette méthode offre de nouvelles possibilités dans la compréhension des mécanismes de fissuration et de fracture.

Il s'avère ensuite important de relier les investigations expérimentales aux modélisations hydromécaniques. Les expériences mettent en évidence le phénomène réel subi par le matériau, mais l'analyse de ces résultats et l'identification des mécanismes peuvent être renforcées par l'outil numérique. Ces méthodes numériques sont un outil puissant et un moyen supplémentaire aux études expérimentales. Grâce aux outils numériques, il est possible de simuler et d'étudier différents phénomènes et leur interaction mutuelle. Afin de mieux connaître le comportement mécanique du béton sous sollicitations hydriques, la modélisation de mécanismes multi-physiques et couplés est effectuée à partir des mécanismes identifiés expérimentalement. Des études paramétriques peuvent être effectuées pour étudier numériquement les influences de différents facteurs.

L'objectif de notre étude est donc de mieux observer et analyser des caractéristiques et les évolutions microstructurales des matériaux cimentaires au cours de séchage et de mieux comprendre les effets du séchage à la fois du point de vue expérimental et numérique. Dans ce but, ce mémoire se compose de trois chapitres.

Le premier chapitre aborde plus en détail l'état de l'art sur la structure et le comportement hydrique et mécanique des matériaux cimentaires. Ceci permettra de connaître les caractéristiques de ces matériaux et les divers mécanismes fondamentaux des phénomènes liés au séchage. Cette étude bibliographique explique notamment l'effet du séchage et les influences des divers facteurs sur l'apparition et le développement des microfissures.

Dans le deuxième chapitre, des expériences de séchage sont effectuées sur des échantillons de pâte de ciment et des échantillons avec granulats (mortier et modèles de composites ciment-billes). Une investigation par microtomographie X est réalisée sur les échantillons soumis aux différents états de séchage. On s'attachera à observer l'apparition de fissures, leur position et quantité à l'aide de la microtomographie par rayon X pour étudier les rôles des granulats. En particulier, l'influence de la rigidité des inclusions et de la rugosité de surface de ces inclusions sur la fissuration est étudiée. La méthode d'analyse d'images est présentée pour l'identification du réseau de fissures et une analyse quantitative est menée sur l'espace fissuré pour mener à bien les comparaisons. Par ailleurs, une série d'essais mécaniques est menée pour une investigation du comportement mécanique triaxial de la pâte de ciment, qui donnera les caractéristiques utiles des matériaux pour la simulation numérique.

Ainsi, le troisième chapitre sera consacré à la modélisation du couplage hydromécanique dans ces matériaux. Un modèle élastoplastique couplé à l'endommagement est proposé, afin de reproduire l'état de contrainte au cours de séchage et prédire numériquement les apparitions

des fissures. Une étude paramétrique est conduite également sur l'influence de rigidité de l'inclusion et influence du comportement mécanique de la matrice cimentaire.

Les conclusions et les perspectives de ce travail seront finalement présentées.

# **Chapitre 1 Structure, comportement hydrique et mécanique des matériaux cimentaires : état de l'art**

## **Introduction**

Les matériaux étudiés dans ce travail sont les matériaux cimentaires, et plus spécialement les pâtes de ciment avec des granulats. Ce chapitre a pour rôle de rappeler les bases scientifiques à la compréhension des phénomènes physiques tels que la désaturation, la fissuration, le retrait de séchage... qui sont liés aux matériaux cimentaires. Les propriétés physiques et chimiques du matériau cimentaire sont liées à des capacités d'échanges avec le milieu extérieur qui sont conditionnées par la nature des phases en présence, les caractéristiques de la structure poreuse et de la phase liquide qui est présente dans la porosité. La formation et les caractéristiques de ces phases sont initialement liées au processus d'hydratation. Dans ce chapitre nous présenterons en premier lieu la structure, en particulier poreuse, du matériau cimentaire. La caractérisation hydrique des matériaux cimentaires est un aspect très important : elle est liée à divers phénomènes intervenant dans les processus de dégradation. Les transferts d'humidité vont provoquer des changements de microstructures comme le retrait et la fissuration, qui ont des influences sur les propriétés mécaniques des matériaux. Pour mieux comprendre ce processus de séchage et les effets induits, une partie de l'état de l'art se focalisera sur ces aspects.

## **1.1 Structuration des matériaux cimentaires**

Les matériaux cimentaires sont composés principalement de granulats, de sable, de ciment et d'eau. Le rapport de dosage eau sur ciment affecte au premier ordre les propriétés des matériaux cimentaires, ce qui est principalement dû à la réaction entre l'eau et le ciment lors du processus d'hydratation. La principale propriété du ciment est que son mélange avec l'eau conduit à brève échéance à un matériau solide et résistant. On s'intéresse ici essentiellement à la microstructure de la pâte de ciment durcie. De ce fait les trois différentes phases majeures, à savoir les C-S-H (silicates de calcium hydratés, liées à la résistance de la matrice liante), l'espace poreux (lieu des transferts entre le matériau cimentaire et l'environnement) et l'eau (qui est intimement liée à la structure même de ces matériaux et qui joue un rôle majeur dans les aspects de durabilité) seront présentées dans la suite. Par ailleurs, une zone spéciale, appelée ITZ, située à l'interface entre la pâte et les granulats sera présentée

### **1.1.1 Hydratation du ciment et structure de C-S-H**

Le ciment Portland est le plus couramment utilisé de nos jours, il se compose d'un mélange de clinker et de sulfate de calcium (environ 5% comme régulateur de prise). Afin de répondre à certains besoins, une partie du clinker peut être remplacée par des composés minéraux plus ou moins réactifs comme des fillers calcaires, des ajouts pouzzolaniques ou des ajouts potentiellement hydrauliques. On obtient ainsi différents types de ciment selon la nature et la proportion des ajouts. Dès que l'on mélange le ciment avec de l'eau, des réactions chimiques

se produit entre les constituants qu'on peut décrire de manière générale comme le processus d'hydratation. Dans le détail, il s'agit plus précisément d'une succession de dissolutions-précipitations des différents constituants du ciment anhydre. Tout d'abord, les constituants du ciment se dissolvent jusqu'à atteindre leur solubilité et se retrouvent sous forme d'ions en solution. Ensuite, des phases hydratées moins solubles vont précipiter jusqu'à et la dissolution des constituants du ciment anhydre continue. Ce processus se poursuit et se ralentit peu à peu par l'effet d'une diminution de la diffusion de l'eau vers le ciment anhydre car le ciment anhydre est recouvert progressivement par des couches d'hydrates. Les principaux hydrates de la réaction d'hydratation (Powers et Brownnyard, 1947) sont des silicates de calcium hydratés (notés C-S-H, ou gel de C-S-H), de l'hydroxyde de calcium (ou Portlandite, notée CH) et des aluminates de calcium hydratés (plusieurs formes). La Portlandite constitue environ 25% des hydrates et se présente sous forme de cristaux hexagonaux. Elle peut se développer dans la pâte de ciment, les pores et l'interface entre la pâte et des granulats (Baron et Ollivier, 1992). La partie la plus importante des hydrates est les C-S-H, qui constituent de 50 à 70% des hydrates formés. Les C-S-H sont sous forme de composés amorphes avec des particules de petite dimension. Ces particules présentent également une structure lamellaire (feuillet) avec des molécules d'eau et plus ou moins d'ions calcium dans les zones interfeuillet.

Si l'on cherche à décrire la structure exacte des C-S-H, et bien que des recherches soient encore menées, une variété de modèles ont été proposés (Wittmann 1976, Taylor 1986). Dans le modèle de Feldman et Sereda (1968), la particule de ciment hydraté ou cristallite est une structure en couches de nombre indéterminé et d'un arrangement irrégulier. L'eau constitue une partie structurelle (une réticulation) entre les couches et cette eau est de l'eau irréversible, qui est distincte de l'eau liée physiquement de manière réversible. La liaison interparticulaire est représentée par un contact solide-solide, bien que parfois au cours de la formation de la structure, certains de ces contacts peuvent représenter la situation intercalaire existant à l'intérieur de la particule. Les feuillet peuvent avoir des mouvements relatifs réversibles et ils sont liés par des forces ioniques ou covalentes, et par les forces de Van der Waals. Le modèle de Jennings (Jennings 2000, Jennings 2008) décrit des feuillet lamellaires de C-S-H comme étant des globules qui se composent de C-S-H solide et d'eau interne. Il distingue deux types de C-S-H qui ont des densités différentes. Les propriétés physicochimiques de la surface du C-S-H sont importantes en raison d'une grande surface spécifique, cela est dû à la petite taille des particules qui le compose. En particulier, le C-S-H porte une forte densité de charges électriques de surface, il est à l'origine de la cohésion du ciment hydraté et joue un rôle important dans l'interaction des espèces ioniques avec la surface (Pellenq et al. 1997, Jonsson et al. 2004). De ce fait les C-S-H assurent aussi la stabilité mécanique du matériau cimentaire, ils peuvent donc assurer la cohésion des grains des granulats du béton.

Enfin, nous pouvons nous intéresser aux réactions d'hydratation et à leur cinétique. Dans le cas sans échange d'eau avec l'environnement (endogène), le ciment peut s'hydrater complètement lorsque le rapport E/C est supérieur ou égal à 0,42 théoriquement (Jensen et Hansen, 2001). Toutefois, dans le cas d'une alimentation en eau par l'extérieur lors de l'hydratation, le seuil du rapport E/C peut être réduit à 0,35. Le temps d'hydratation est long et il peut être difficile d'obtenir une hydratation complète des grains de ciment les plus gros (ou agglomérés) même avec un rapport E/C supérieur aux seuils. La période de durcissement dure quasiment pendant toute la durée de vie du matériau (en présence d'eau) où la pâte de

ciment devient plus dense et plus résistante avec la poursuite de cette hydratation. La cinétique d'hydratation du ciment décroissant au cours de l'avancement des réactions comme expliqué ci-dessus, il en résulte une modification continue de la microstructure du matériau, même si elle devient imperceptible au bout de quelques mois pour des ciments courants. Le durcissement conduit à l'augmentation des propriétés mécaniques du matériau (résistances, module d'Young). Le travail de Therrien et al (2000) montre l'évolution du degré d'hydratation et de la résistance à la compression en fonction du temps.

### **1.1.2 Structure poreuse du ciment hydraté**

La structure poreuse du ciment hydraté est constituée principalement de deux familles de pores, soit des pores capillaires, soit des pores d'hydrates. La distribution bimodale des pores est mise en évidence par porosimétrie mercure (Verbeck et Helmuth, 1968). Les pores de plus grande taille (environ quelques centaines de nanomètres) sont les vestiges des espaces intergranulaires de la pâte et les pores les plus petits (de quelques à plusieurs dizaines de nanomètres) occupent les espaces interfeuillets des C-S-H.

La porosité capillaire est ainsi l'espace entre les grains de ciment, qui est occupé initialement par l'eau. Le volume de porosité capillaire est un paramètre important qui détermine la résistance de la pâte de ciment et du béton ou sur sa durabilité. Il existe plusieurs facteurs qui influent sur ce volume, tels que le rapport eau/ciment, la distribution granulométrique du matériau cimentaire, le degré d'hydratation. On se préoccupe non seulement du volume de cette porosité capillaire, mais aussi de sa connectivité, car elle influence fortement les propriétés de transfert. Par exemple, la dégradation sera facilitée si les agents agressifs extérieurs peuvent pénétrer facilement dans le matériau. La connectivité affecte également le processus de saturation et désaturation. Lorsque l'hydratation progresse, les hydrates se développent progressivement et ils peuvent boucher ou réduire les rayons d'accès aux pores. La connectivité du réseau capillaire diminue donc au fur et à mesure de l'hydratation. Lorsque la porosité capillaire est inférieure à 18%, les pores capillaires ne sont plus interconnectés (Bentz et Garboczi 1991).

Au cours du temps, la taille moyenne des pores capillaires diminue et la nanoporosité augmente avec la formation de C-S-H. Powers et Brownyard (1947) fait l'hypothèse que la porosité des hydrates est indépendante du degré d'hydratation et du rapport E/C. Elle est constante et égale à 28% du volume totale du gel. Seule la fraction volumique de ces hydrates dans la pâte augmente au cours du temps.

Les pores de gel contiennent l'eau adsorbée sur les surfaces des microcristaux, cette eau est légèrement comprimée à cause de l'arrangement particulier des molécules d'eau sur les parois des particules de C-S-H. La perméabilité de l'ensemble des hydrates est donc très faible, de l'ordre de  $10^{-15}$  m/s (Pigeon 1984), bien que les pores communiquent entre eux. La présence des pores capillaires fait que la perméabilité de la pâte de ciment hydratée est beaucoup plus grande que celles des hydrates, de l'ordre de 1000 fois (20 à 100 fois en cas de discontinuités du réseau) plus grande. La nature des pores affecte non seulement la perméabilité, mais aussi la résistance mécanique. Moins il y a de capillaires, plus la résistance de la pâte est grande (Brandt 1995).

Les propriétés d'un solide poreux dépendent essentiellement de la géométrie et de la taille des pores ainsi que de leur distribution. Les caractéristiques des pores déterminent en grande

partie sa capacité de rétention d'eau. Il est à noter que des pores de forme irrégulière comme des pores d'une forme en « bouteille d'encre » ont des influences importantes sur le phénomène de boucle d'hystérésis dans l'isotherme d'adsorption et désorption. Par ailleurs, pendant le processus de saturation/ désaturation, la structure du matériau et de la distribution des pores peuvent avoir un léger changement qui contribue également au phénomène de boucle d'hystérésis et qui peut alors modifier le comportement du matériau selon son histoire hydrique.

La structure poreuse des matériaux cimentaires est complexe avec divers types de pores et de connectivité (fermés, interconnectés, avec des tailles allant du nanomètre au millimètre). La méthode de mesure la plus utilisée est celle de la « porosité accessible à l'eau » qui consiste à saturer le matériau sous vide. Le volume des vides peut être obtenu par différence entre la masse de l'échantillon saturé et celle mesurée après séchage. Ceci est le plus facile, cependant, la distribution de la taille ne peut pas être obtenue. Pour cela, on utilise principalement les trois méthodes suivantes : l'analyse d'images (Underwood 1968), l'exploitation des isothermes de sorption (notamment d'eau) (Baroghel-Bouny 1994) et la porosimétrie au mercure (Aligizaki 2006). La deuxième méthode donne des informations de la distribution à partir de courbe de désorption en faisant l'hypothèse que les pores sont cylindriques, que le rayon des pores remplis d'eau est donné par la relation de Kelvin-Laplace et que les pores sont recouverts d'une couche d'eau dont l'épaisseur varie avec l'humidité relative. La troisième méthode est similaire à la deuxième mais avec du mercure, mais elle risque de modifier la microstructure de l'échantillon à cause d'un séchage préalable (l'information obtenue sur le réseau poreux par la première branche de désorption de vapeur d'eau, où le matériau n'a subi aucune dessiccation initiale, ne peut être obtenue par l'intrusion de mercure). Les résultats obtenus peuvent varier selon la méthode utilisée, parfois même d'un ordre de grandeur sur le rayon mesuré (Diamond 2000).

### **1.1.3 Eau dans la pâte de ciment hydratée**

L'eau dans la pâte de ciment hydratée se présente sous diverses formes. On la classe habituellement en trois catégories suivantes, par ordre décroissant d'énergie de liaison avec le solide :

- Eau liée, se combine chimiquement dans la composition des hydrates. Cette eau est très fortement liée et a une densité d'environ 1.2. Elle est très stable et ne peut s'évaporer qu'à très haute température.
- Eau adsorbée, qui se fixe à la surface du solide. Cette fixation peut être physique ou chimique selon l'énergie des forces de liaison. Cette eau n'a pas la mobilité de l'eau libre, elle se déplace difficilement. Dans le modèle de Feldman et Sereda, on distingue l'eau inter-feuillet et l'eau adsorbée. L'eau inter-feuillet est retenue entre les feuillets de C-S-H par des liaisons hydrogènes. Le taux d'humidité doit s'abaisser au-dessous de 30% ; l'eau adsorbée à la surface des parois des cristaux de C-S-H peut être supprimée si le taux d'humidité est inférieur à 50%.
- Eau capillaire, qui se trouve dans les pores capillaires et n'a pas réagi avec le ciment. Cette eau est considérée comme libre et évaporable par un séchage à 105°C.

### 1.1.4 Interface pâte/granulat

Contrairement à la pâte de ciment, les matériaux cimentaires avec des granulats ont une zone spéciale entre la pâte et les inclusions (granulats), appelée « Zone de Transition Interfaciale, ITZ » ou « auréole de transition » qui est illustré sur la Fig 1.1. La microstructure dans le voisinage immédiat de l'agrégat est différente de celle de la masse de la pâte de ciment. Les hypothèses principales sur cette existence de l'ITZ sont les suivantes : il y a un film d'eau présent sur la surface des agrégats. Lors du mélange, des particules de ciment anhydre sont incapables d'être réparties de façon homogène et dense contre les granulats qui sont relativement grands comparativement à leur taille. Cette situation est similaire à l'«effet de paroi» à la surface de béton coulé mais sur une échelle beaucoup plus petite (Neville 2000). Le mécanisme responsable de la formation de cette zone est qu'il existe un différentiel de porosité qui engendre la diffusion différentielle des ions (Maso 1980, Breton et al. 1933).

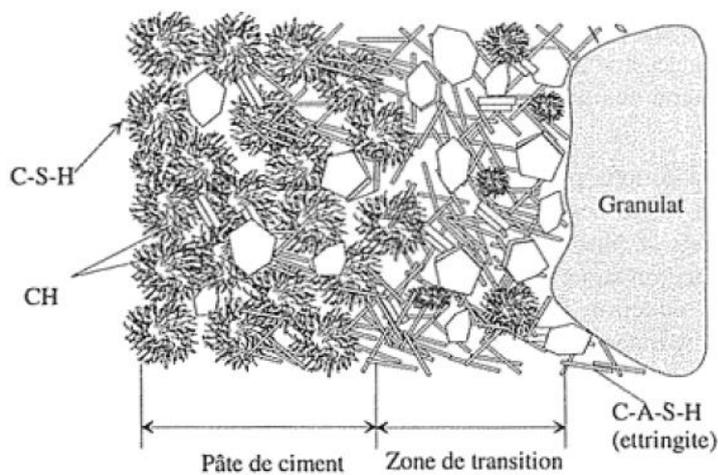


Fig 1.1 Représentation schématique de l'auréole de transition (Chanvillard, 1999)

La microstructure d'ITZ est présentée par divers technologies expérimentales (Breton et al. 1993). Un certain nombre de modèles de microstructure et de minéralogie de l'interface pâte-granulats peut être trouvé dans la littérature (Ollivier et Grandet 1982, Monteiro 1986, Diamond 1986). Selon le modèle de Diamond (1986), la première couche de cette zone est composée de cristaux de portlandite orientés préférentiellement. La deuxième couche ( $0,5\mu\text{m}$ ) est composée de feuillets de CSH. Après la seconde couche de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , une zone de forte porosité apparaît. L'ettringite en concentration élevée est souvent observée. Cette zone est une zone de faiblesse lors de sollicitations mécaniques et d'une attaque chimique. La largeur de l'ITZ observée par la porosité interconnectée est  $30$  à  $100\mu\text{m}$  dans le travail de Scrivener et Nemati (1996). Il peut augmenter avec la taille des granulats (Ping et al. 1991) et le rapport eau/ciment (Elsharief et al. 2003).

Les produits d'hydratation sont moins denses dans cette zone donc la porosité de cette zone est plus élevée. La Fig 1.2 montre que la porosité dans la pâte augmente au fur et à mesure de la réduction de la distance à la surface du granulat. L'épaisseur de cette zone est donc de l'ordre de grandeur de la dimension des grains de ciment soit quelques dizaines de micromètres. Par comparaison de la structure poreuse d'une pâte de ciment et de la pâte d'un mortier confectionné avec le même ciment (Bourdette et al. 1995), une nouvelle famille de

pores est mise en évidence au porosimètre à mercure, du fait des auréoles de transition. Cela montre que cette zone présente une porosité très importante. Ces zones constituent donc des liaisons faibles du matériau.

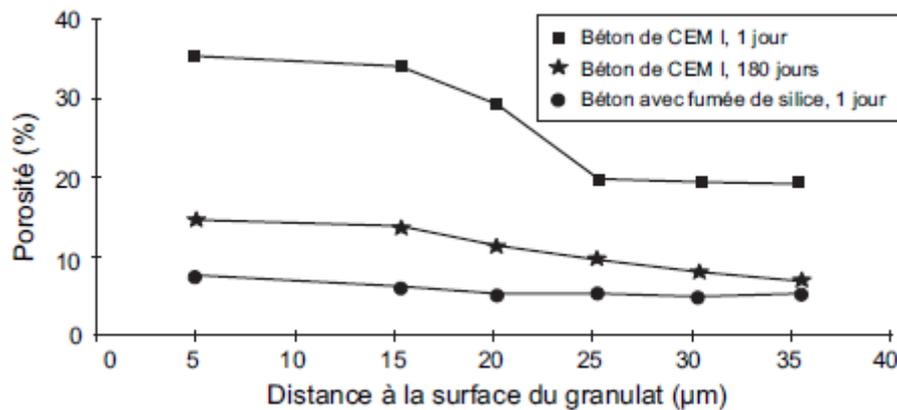


Fig 1.2 Evolution de la porosité au voisinage des granulats, d'après (Scrivener et al, 1988)

L'ITZ affecte fortement l'ensemble des propriétés de transfert (Alexander et al. 1999) et elle a des influences sur les propriétés mécaniques (Husem 2003). Hsu et Slate (1963) ont observé que la résistance de liaison entre la pâte (ou mortier) et l'agrégat est significativement inférieure (d'environ 33% à 67%) à la résistance à la traction de la pâte (ou mortier) et en fonction du type de l'agrégat, la rugosité de surface d'agrégat et le rapport eau/ciment. Dans le travail de Husem (2003), la résistance de liaison entre la pâte (ou mortier) et l'agrégat est d'environ 1MPa ou moins, selon le type d'agrégat. Il est connu que la structure hétérogène du béton à l'échelle mésoscopique peut être décrite comme un système à trois phases constitué par la pâte de ciment durcie, l'agrégat et l'interface entre les granulats et la pâte de ciment (Aulia et Deutschmann 1999). Certaines tentatives ont été effectuées pour considérer l'ITZ dans les modèles (Bentz et Garboczi 1999, Agioutantis et al. 2000, Zheng et al. 2012, Grondin et Matallah. 2014) numériques ou analytiques pour évaluer les propriétés mécaniques effectives du béton. Dans ces modèles, les propriétés de l'ITZ peuvent être supposées comme multicouches ou uniformes.

## 1.2 Caractérisation hydrique et mécanique des matériaux cimentaires

Les ouvrages en matériaux cimentaires sont généralement soumis à des transferts hydriques au cours de leur vie en raison du changement des conditions environnementales, telles que la température, l'humidité relative, la pression. L'ensemble du système va alors atteindre à un nouvel état d'équilibre. Le séchage est un phénomène courant induisant le transfert de l'eau vers l'extérieur de l'ouvrage. La conséquence directe du séchage du matériau cimentaire est le retrait de séchage. L'isotherme de (dé)sorption de vapeur d'eau est une courbe qui donne la relation fonctionnelle entre l'humidité et la teneur en eau d'équilibre d'un matériau pour une température constante. Tous ces phénomènes sont dus à des transferts d'humidité et interaction entre les différents phases de milieux poreux : les mécanismes associés seront présentés dans la suite.

### 1.2.1 Mécanismes de base associés

Dans un système non uniforme, plusieurs phases coexistent en même temps et par conséquent, il existe diverses interfaces : par exemple, interface liquide/gaz, interface solide/gaz, interface liquide/solide. Un matériau cimentaire, avec ses nombreux pores nanométriques, possède une grande surface spécifique et ces nombreuses interfaces ainsi que l'existence de l'eau à différents niveaux et énergies de liaison avec la phase solide vont expliquer la forte susceptibilité de ces matériaux aux échanges hydriques. De plus, avec le changement de la forme de la présence d'eau (liquide, vapeur, films de molécules d'eau adsorbées), cela fait appel à différents mécanismes associés selon la gamme d'humidité étudiée.

Une force importante est la tension superficielle. Les molécules dans la couche interfaciale (entre deux phases) supportent d'une force de cohésion intermoléculaire qui est asymétrique à cause d'une distribution non uniforme des molécules autour de lui (beaucoup moins de molécules dans la phase gazeuse par rapport à la phase liquide), donc, il y a une force en tension qui est perpendiculaire à la limite de surface avec direction vers le liquide, c'est-à-dire la tension superficielle ( $\gamma$ , N/m). Les molécules dans la couche interfaciale ont une énergie légèrement supérieure, on peut parler d'énergie de surface. La tension superficielle va diminuer avec l'augmentation de la température ou de la pression. Dès que cette interface est courbée, il y a une différence de pression entre les deux milieux. Cette différence de pression dépend essentiellement de la tension de surface, qui mesure l'énergie nécessaire à la création d'une interface. La loi de Laplace reflète un équilibre dans la direction normale de la surface entre l'effort résultant de la tension superficielle et la différence de pression. L'équation de Kelvin décrit le changement de la pression de vapeur due à une interface liquide/vapeur courbe (ménisque) avec un rayon  $r$ . La pression de vapeur d'une surface courbe est supérieure à celle d'une surface plane et non courbée. L'équation de Kelvin peut être écrite sous la forme (Butt et al. 2003):

$$\ln\left(\frac{P}{P_0}\right) = \frac{2\gamma V_m}{rRT} \quad (1.1)$$

où  $P$  est la pression de vapeur réelle ;  $P_0$  la pression de vapeur saturante ;  $\gamma$  tension superficielle en newton par mètre ;  $V_m$  le volume molaire du liquide ;  $r$  rayon capillaire ;  $R$  la constante universelle des gaz ;  $T$  la température. Dans le cas de l'eau dans l'air, l'humidité relative (hygrométrie,  $H_r$ , %) représente la proportion entre la pression de vapeur d'eau dans l'air et la pression de vapeur saturante à une température donnée. Ce taux est exprimé en pourcentage  $H_r = (P/P_0) \times 100$ . Notons que l'angle du mouillage est considéré comme égal à zéro pour l'eau dans un capillaire (Fig 1.3),  $\cos\theta$  est donc égal à 1. En considérant la loi de Laplace, l'équation de Kelvin peut se transformer comme suit :

$$P_{cp} = P_l - P_g = \ln(H_r) \frac{\rho_l RT}{M_v} \quad (1.2)$$

où  $P_{cp}$  est la dépression capillaire ;  $P_l$  est la pression de l'eau liquide ;  $P_g$  pression du mélange gazeux ;  $M_v$  masse molaire de l'eau ;  $\rho_l$  masse volumique de l'eau. Comme le montre cette équation,  $P_{cp}$  augmente avec la diminution de l'humidité relative. Ainsi, à partir de

l'équation de Kelvin, on peut savoir que la taille des pores remplis d'eau diminue avec la diminution de l'humidité relative.

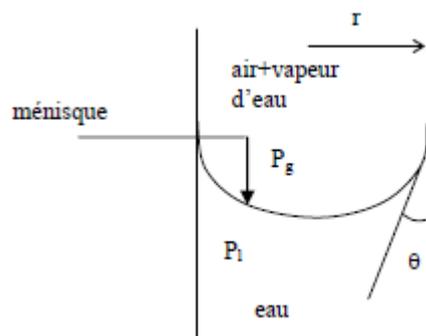


Fig 1.3 Schéma d'un capillaire (Yurtdas 2003)

Outre ces effets capillaires, à une température donnée, l'épaisseur de la couche d'eau adsorbée sur les parois solides des pores dépend de l'humidité relative. Si deux particules de gel sont assez proches, l'épaisseur de la couche adsorbée n'est pas déterminée par l'humidité relative, mais par la distance entre les deux particules (Fig 1.4). Cette situation peut se produire lorsque la distance entre les particules n'excède pas 26Å. Ces régions sont appelées « zones d'adsorption gênée », parce que la couche adsorbée ne peut se développer librement. En conséquence, une pression disjonctive (Bažant 1972) se développe dans ces régions, ayant tendance à séparer les deux surfaces. Cependant, les forces d'attraction entre les deux particules freinent cet écartement. Donc, l'eau dans ces zones reste sous pression.

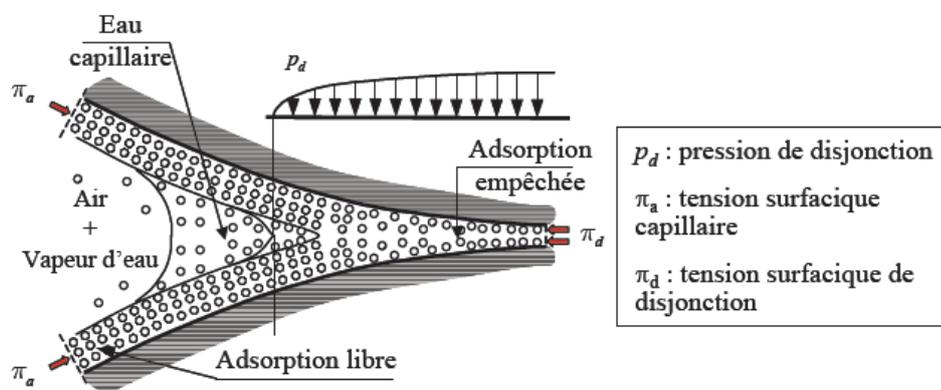


Fig 1.4 Description de l'adsorption gênée et pression disjonctive (Bažant 1972)

Le retrait et la fissuration du béton se produisent en raison de l'enlèvement de l'eau des pores (dessiccation), des pressions négatives de fluide des pores se produisent et des ménisques se forment à l'intérieur des pores (Bentz et al. 1998, Coussy et al. 2004). Le séchage se produit progressivement vers des pores de plus petite taille, cela conduit à une augmentation de l'amplitude de la pression du fluide des pores. En utilisant l'équation de Kelvin-Laplace, on peut rapprocher les changements de pression de fluide interstitiel associés à des effets capillaires. La pression de disjonction peut expliquer également l'existence d'un retrait à mesure que les zones d'adsorption empêchées diminuent, y compris à des saturations en eau très faibles dans le matériau (cf § 1.2.3) (Benboudjema 2002).

### **1.2.2 Séchage des matériaux cimentaires**

L'eau dans des pores de matériau cimentaire peut s'évaporer et se séparer de la surface du squelette lorsque ce matériau est exposé à un environnement qui a une humidité relative inférieure à celle permettant l'existence d'une phase condensée dans certains pores de ce matériau. L'humidité relative est un facteur qui a une influence plus grande sur l'équilibre de l'eau que la température et la pression conformément à l'environnement auquel ce matériau est soumis habituellement. Lors du séchage, on peut observer quatre états caractéristiques (Baroghel-Bouny, 1994) à l'échelle d'un pore cylindrique, au cours de la diminution progressive de l'humidité relative. Différents mécanismes physiques sont mis en œuvre successivement ou simultanément au cours de séchage. Aux hautes humidités relatives, un séchage provoque un écoulement « capillaire » depuis l'intérieur vers l'extérieur, c'est le transfert en phase liquide et la pression capillaire gouverne les mouvements d'eau. Cet écoulement de fluide continu est décrit par la loi de Darcy. Dans le cas des humidités relatives intermédiaires, la phase gazeuse et la phase liquide sont présentes ensemble : la phase gazeuse correspond au phénomène d'évaporation et l'eau liquide remplit uniquement les pores les plus fins. L'écoulement de fluide par diffusion de la vapeur d'eau est décrit par la loi de Fick. Aux faibles humidités relatives, il existe la migration des films de molécules d'eau adsorbées. Le transfert en phase gazeuse est cependant dominant, la diffusion surfacique correspondant à l'adsorption multimoléculaire sur la surface. La diffusion gazeuse devient le seul transfert possible aux humidités relatives les plus basses, parce que l'eau n'est plus présente en multiples couches d'eau adsorbées à ce moment.

### **1.2.3 Retrait de dessiccation des matériaux cimentaires**

Comme évoqué précédemment, le séchage va pouvoir entraîner des variations de pressions interstitielles au cœur du matériau et induire des variations dimensionnelles. De façon plus générale, les différents retraits possibles dans un matériau cimentaire sont synthétisés dans ce paragraphe.

La pâte de ciment subit des variations dimensionnelles même en l'absence de chargement extérieur. Au cours de l'hydratation, les hydrates occupent par exemple moins de volume absolu que le volume initial de l'eau et du ciment non hydraté : cela conduit à une contraction qui a été mise en évidence par Le Châtelier (Le Châtelier, 1904) au moyen d'expériences. On appelle donc ce phénomène « la contraction Le Châtelier ». Cette contraction est libre avant la prise, mais par la suite, la pâte devient rigide et moins déformable. Avec la consommation progressive de l'eau, le volume ne peut pas être rempli totalement par le liquide et des espaces vides sont formés : l'humidité interne diminue ce qui conduit à une tension interne de la pâte inversement proportionnelle aux diamètres des capillaires (loi de Kelvin-Laplace). Cette tension va provoquer une variation de volume, dit retrait endogène, appelé aussi retrait d'autodessiccation. Ce retrait existe en conditions « sans échange d'eau avec le milieu ambiant ».

Lors de la prise, les réactions d'hydratation sont exothermiques. La dissipation de cette chaleur ralentit après la prise et le matériau cimentaire se refroidit en fonction de son épaisseur, de son isolation et de la température extérieure. Une contraction est engendrée lors du refroidissement, appelée retrait thermique.

Contrairement au retrait endogène, le retrait de dessiccation, parfois nommé retrait de séchage, est lié à la différence d'hygrométrie entre le cœur du béton et l'ambiance extérieure. Il est la part supplémentaire de retrait par rapport aux retraits endogène et thermique.

Le départ de l'eau au cours du séchage s'accompagne des variations dimensionnelles de la structure poreuse, à savoir le retrait de séchage. Il dépend de l'état de liaison de l'eau et du solide à l'humidité relative considérée. Trois différents mécanismes sont proposés pour expliquer le retrait de dessiccation (Baroghel-Bouny 1994, Baron 1982, Kovler et Zhutovsky 2006) : le retrait par variation de la dépression capillaire ; le retrait par variation de la tension superficielle ; le retrait par variation de la pression de disjonction. Le premier est lié au départ de l'eau des pores capillaires ( $H_r \geq 40\%$ ) (Powers 1968, Feldman et Sereda 1968), il est basé sur les équations de Kelvin et de Laplace décrites précédemment. Le rayon de courbure de ménisque d'eau dans un capillaire diminue au cours du séchage avec un départ d'eau progressif. La différence de pression s'accroît et cette dépression du liquide doit être globalement équilibrée par une contraction du solide, d'où un retrait. Le deuxième est lié à l'eau adsorbée ( $H_r \leq 40\%$ ) (Wittmann 1968) : la phase solide a une grande surface spécifique, une quantité importante d'eau adsorbée est donc en interaction avec la surface solide. L'énergie superficielle varie avec l'épaisseur du film d'eau adsorbée, donc avec  $H_r$ . La diminution de l'humidité relative augmente la tension superficielle qui s'équilibre par contraction du solide poreux. Pour la troisième, l'entrée de l'eau dans les espaces inter-feuillets entraîne des forces répulsives entre les feuillets de CSH, ainsi qu'une diminution des forces attractives de van der Waals entre les surfaces solides, l'ensemble de ces deux effets est appelée pression de disjonction. Ce concept est lié à l'adsorption d'eau dans un très faible espace confiné. L'action de cette pression de disjonction est mise en évidence dans les expériences (Wittmann 1972).

Le modèle de Feldman et Sereda (1968) permet de schématiser les mouvements d'eau entre les lamelles ou les feuillets de C-S-H et d'expliquer le changement de longueur de ciment hydraté avec une pression relative (Fig 1.5). Cette figure présente également que l'élimination de l'eau lors de la désorption est différente de sa rentrée lors de l'adsorption. Dans la Fig 1.5 (a) et (b), l'eau interfeuille est éliminée progressivement à partir des bords. Cela se produit probablement de 30% à 10% d'humidité relative et induit peu de changement dans le module d'Young et la longueur. De (b) à (c), il s'agit d'un plus grand changement de la longueur, jusqu'à environ 2% d'humidité relative, mais aucun changement de module. Seule l'élimination finale de l'eau dans le milieu montre une forte diminution de module et de nouveau une grande variation de longueur. Sur l'adsorption, un grand changement de longueur se produit jusqu'à environ 50% d'humidité relative et sans modification de module, dans (e) et (f). L'état (g) est atteint de 50% à 100% d'humidité relative par un remplissage du milieu de la couche, ce qui donne une augmentation de module et un faible taux d'augmentation de la longueur. Il y a non seulement le changement de taille de globule qui contribue au retrait, mais aussi le changement de l'arrangement de globule à cause de la souplesse de la structure de C-S-H. Après séchage, les globules peuvent s'arranger de manière plus compacte et plus alignée (Fig 1.6).

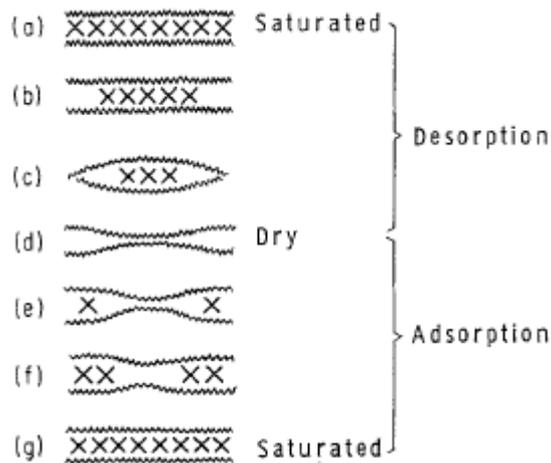


Fig 1.5 Modèle simplifié pour la sortie et l'entrée d'eau dans des feuillets de CSH (Feldman et al 1968)

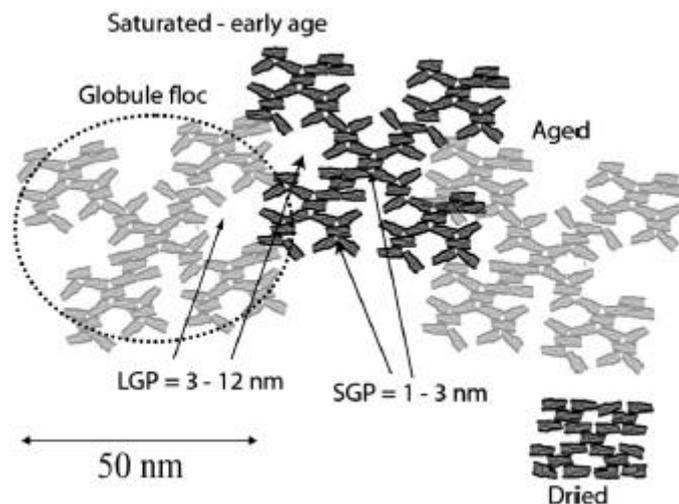


Fig 1.6 Processus de vieillissement schématique et changement de la structure des globules de C-S-H (Jennings 2008)

En plus de ces retraits, un retrait de carbonatation peut être provoqué au cours de séchage lorsque les conditions sont favorables. La carbonatation est un phénomène chimique naturel qui met en jeu, en présence de l'humidité, la réaction entre le  $\text{CO}_2$  de l'air et le ciment hydraté (Baron 1982) constitué essentiellement de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  et de C-S-H. Elle se produit dans la couche superficielle carbonatée. Cette déformation non uniforme serait susceptible d'engendrer des craquelures ou une fissuration superficielle des petits échantillons. L'influence de retrait de carbonatation peut être non négligeable lorsque le matériau est préservé pendant longtemps dans une ambiance chargée de dioxyde de carbone. Il pourrait atteindre les mêmes ordres de grandeur que le retrait de dessiccation (Houst 1989).

### 1.2.4 Fissuration induite par le séchage dans les matériaux cimentaires

Les observations expérimentales à différentes échelles mettent en évidence l'existence de microfissures induites par le séchage dans les matériaux cimentaires, dont l'ouverture est typiquement comprise entre  $0,25\mu\text{m}$  et  $50\mu\text{m}$  (Bažant et al. 1986, Sicard et al. 1992, Bissop et van Mier 2002). Avec le départ de l'eau dans le matériau, des fissures sont engendrées par

deux types de restrictions internes contre le retrait libre. Les propriétés de granulats sont importantes sur les caractéristiques de la fissuration obtenue.

#### 1.2.4.1 Effet du séchage

La variation de la teneur en eau au sein du matériau cimentaire conduit à l'apparition d'effets locaux et d'effets de structure. Les effets locaux sont dus à l'hétérogénéité des composants du matériau cimentaire, présente à toutes les échelles. A l'échelle microscopique, le principal produit d'hydratation, le gel C-S-H subit une diminution de volume lors du séchage, mais l'autre produit, par exemple, la portlandite n'en subit pratiquement pas. La différence, en ce qui concerne le retrait et les caractéristiques mécaniques, entre ces deux produits conduit à des contraintes à l'échelle microscopique. De même, elle provoque une étreinte des granulats (champ de contraintes) à l'échelle des inclusions. La Fig 1.7 illustre que les différences de rigidité entre la pâte de ciment hydraté et les inclusions de rigidité supérieure conduisent à la génération de fissures radiales et circonférentielles (Hearn 1999).

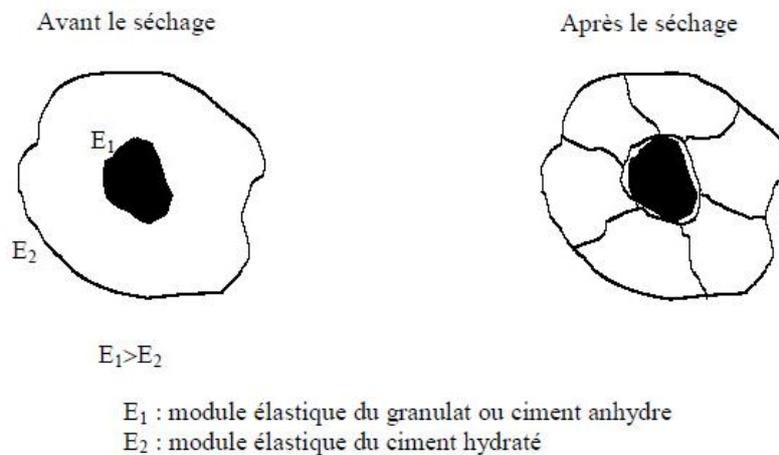


Fig 1.7 Fissurations circonférentielle et radiale dues au séchage (Hearn 1999)

La Fig 1.8 présente l'évolution des profils de teneur en eau en fonction du temps dans un échantillon de béton qui est soumis au séchage (les deux surfaces opposées sont exposées à une humidité relative de 53,5% et à une température de 20°C). Il y a des gradients de teneur en eau entre le cœur et la surface en raison de la faible perméabilité et de la faible diffusivité du matériau. Il existe donc bien un gradient hydraulique cause l'effet de structure.

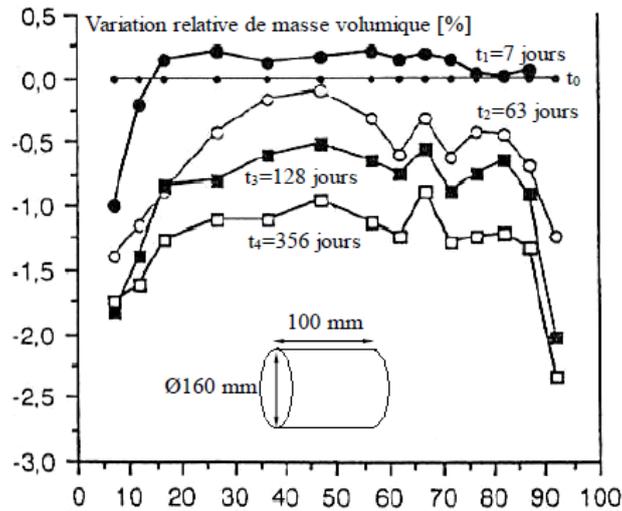


Fig 1.8 Evolution des profils d'humidité d'une éprouvette de béton (Baroghel-Bouny 1994)

La Fig 1.9 illustre l'effet de structure dans un mur d'épaisseur  $2b$ , leurs surfaces latérales sont exposées à une humidité relative égale à 50%. Les gradients de teneur en eau sont forts au voisinage des surfaces d'échange, surtout au début de séchage (Fig 1.9(a)). Si ce mur était composé de blocs indépendants, chaque bloc aurait eu des retraits libres respectivement (Fig 1.9(b)). En réalité, ce mur est un ensemble et les gradients hydriques créent des retraits différentiels dans la structure, plus forts près de la surface et moins forts dans le centre. La peau est alors soumise à des contraintes de traction et le cœur de ce mur est mise en compression (Acker 1988, Neville 2000) (Fig 1.10). Ces tractions sont bien supérieures à la résistance en traction du béton, la fissuration superficielle et parallèle donc se produit avec une orientation perpendiculaire à la surface de séchage (Fig 1.9(c)). La fissuration conduit à une relaxation partielle des contraintes (Fig 1.10). Mais en fin de séchage, le teneur en eau dans le cœur est plus élevée que dans la surface, le cœur donc tend à se rétracter plus que la peau (Benboudjema 2002). La tendance initiale s'inverse : la peau est mise en compression et le cœur est mis en traction, conduisant à la propagation de la fissuration vers le cœur de l'éprouvette.

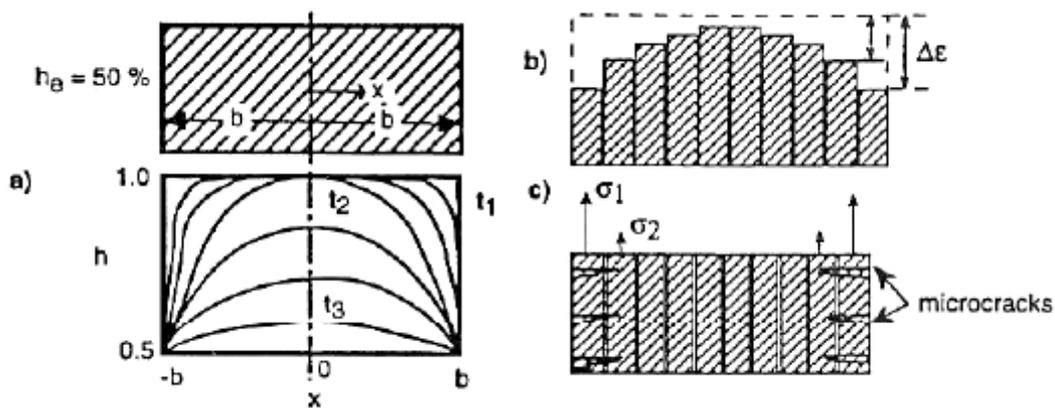


Fig 1.9 Illustration de l'effet de structure dû au séchage (Bažant 1982) : a) profil d'humidité en fonction du temps ; b) retrait correspondant pour des blocs imaginés indépendants ; c) contraintes dues au retrait gêné et fissuration dans les zones en traction.

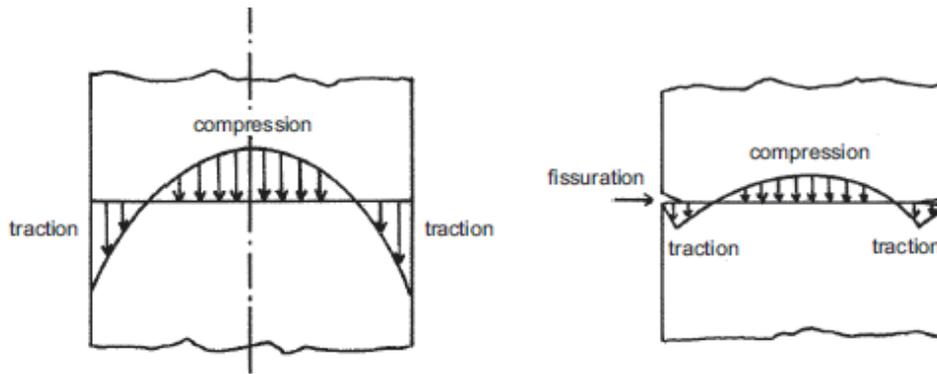


Fig 1.10 Autocontraintes de structure dues au retrait de séchage (Pons 1998) : répartition théorique des contraintes (gauche) et répartition des contraintes après fissuration de peau (droite)

#### 1.2.4.2 Contribution de divers facteurs à la fissuration

Le retrait différentiel à cause du gradient hydraulique au cours du séchage provoque une fissuration de peau. L'effet de restriction par les agrégats entraîne des fissures radiales et circonférentielles autour des agrégats. Les caractéristiques de la fissuration sont influencées fortement par divers facteurs. Les plus importants sont présentés dans cette section pour mieux comprendre les mécanismes basiques aboutissant à des microfissurations.

##### Effet de la taille des granulats

Bisschop (Bisschop et al 2001) indique que la tendance à la fissuration dépend également de la taille des granulats (Fig 1.11). Dans son étude, les éprouvettes ( $40 \times 40 \times 160 \text{mm}^3$ ) sont réalisées en matrice cimentaire avec éventuellement des inclusions sphériques rigides (billes de verre) de diamètre variant de 0.5 à 6 mm, et seule la face supérieure est soumise au séchage ( $30^\circ\text{C}$  et  $Hr=30\%$ ). Dans l'éprouvette de la pâte de ciment, l'effet structurel est important. En cas de présence des granulats, l'effet structurel est un peu moins évident, et l'effet des agrégats devient plus important avec l'augmentation de la taille d'agrégats. Les résultats montrent que l'effet de restriction des petites billes (0.5mm et 1mm) est trop faible pour contribuer de manière significative à la microfissuration détectable. Dans ce cas, la longueur totale de fissures et la profondeur de pénétration maximale de fissures descendent un peu. D'une part, la présence d'agrégats cause une réduction du gradient de contraction. D'autre part, plus d'agrégats signifie plus d'obstacles à la fissuration. L'effet de restriction des billes de 4mm et 6mm est important pour la formation des microfissures induites par le retrait de séchage. Les fissures dans ces composites sont plus longues et profondes que dans la pâte de ciment. Dans ce cas, une distribution isotrope et homogène des microfissures dans les échantillons soumis à séchage est mise en évidence. Le travail de Szczesniak et al. (2013) montre aussi l'influence de la taille d'agrégats. Les éprouvettes cylindriques de diamètre de 8mm et de hauteur de 20mm avec des billes de verre de différentes tailles (1mm, 2mm, 4mm) sont séchées dans la température de  $60^\circ\text{C}$  pendant 24 heures. Les résultats microtomographiques montrent qu'il n'y a pas de fissures visibles (précision  $5.3\mu\text{m}$ ) à cette échelle avec des billes de 1 mm mais les fissures sont évidentes avec billes de 2mm et 4mm. De plus, les éprouvettes avec différentes tailles de billes exposent les différents comportements mécaniques globaux. Une augmentation de résistance avec une réduction du diamètre des inclusions est observée expérimentalement.

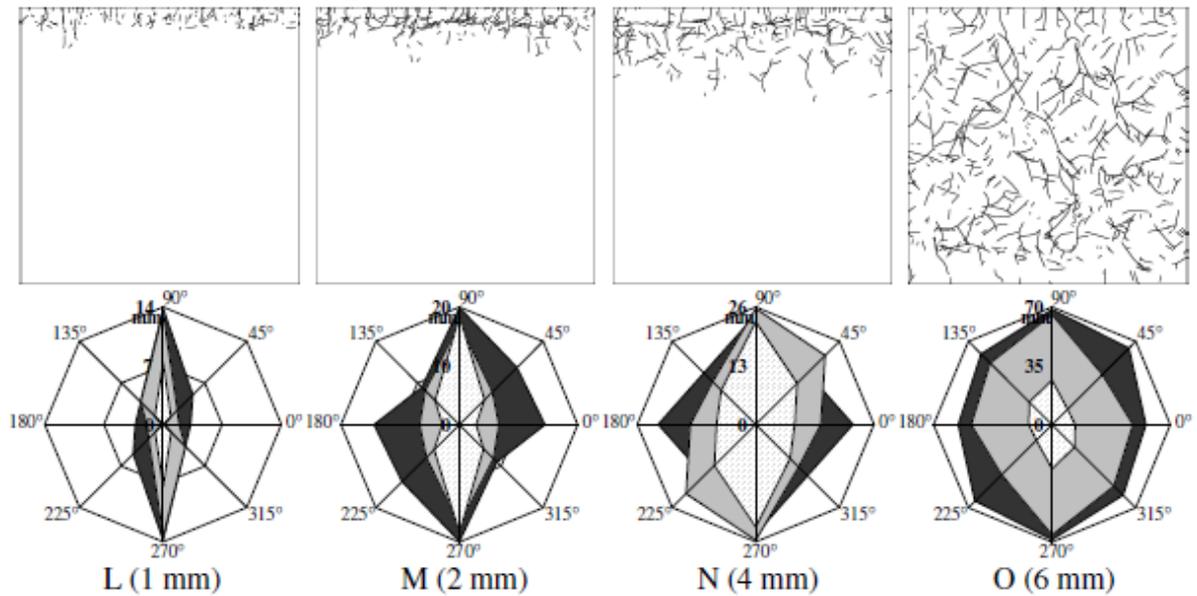


Fig 1.11 Effet de la taille de sphère sur la microfissuration induite par le séchage et l'orientation induite par 10% (blanc), 20% (gris) et 30% (noir) de séchage (Bisschop 2001)

#### Effet de la quantité de granulats

L'étude de Bisschop et al. (2002) montre aussi l'influence de la quantité de granulats sur la microfissuration induite par le séchage. La quantité de billes dans le composite avec chaque taille de diamètre de bille est donnée pour des fractions volumiques de 10%, 21% et 35%. La tendance générale est que plus la fraction de billes est grande (pour la taille de bille constante), moins la longueur totale de fissures pour les composites avec billes de 0.5mm et 1mm est élevée, mais plus la longueur totale de fissures pour les composites avec billes de 2mm, 4mm, 6mm est grande. Plus de billes conduit à des valeurs plus faibles de la profondeur de pénétration maximale de fissures pour les composites avec billes de 0.5mm, 1mm et 2mm, mais des valeurs plus grandes de la profondeur de pénétration maximale de fissures pour les composites avec billes de 4mm et 6mm. L'orientation de fissures devient plus isotrope avec l'augmentation de pourcentage du volume d'agrégats (Fig 1.12).

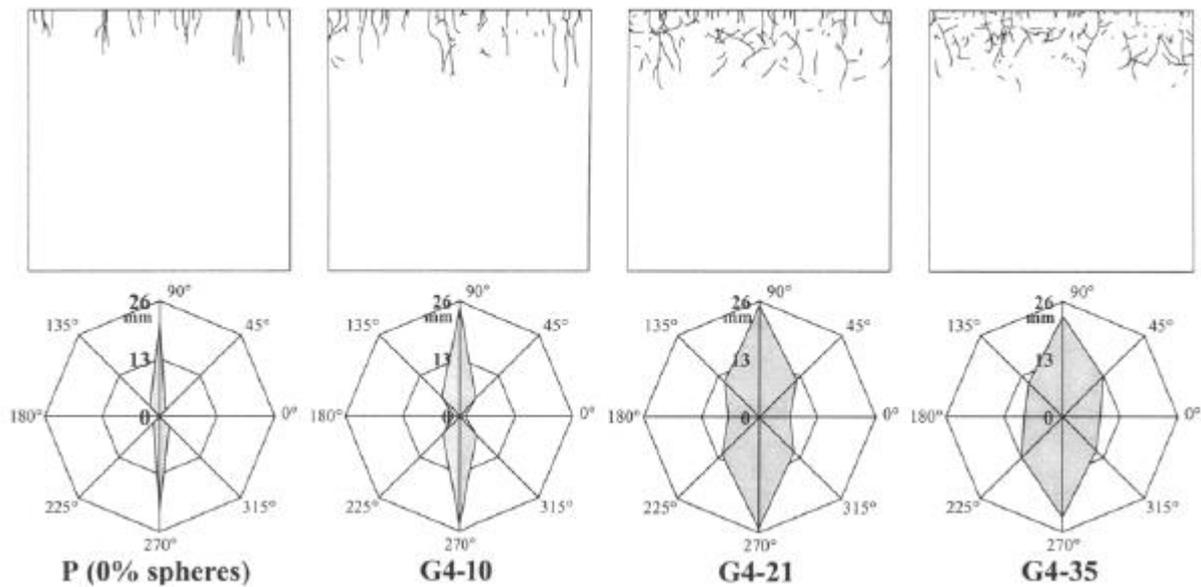


Fig 1.12 Effet du pourcentage du volume d'agrégats sur la microfissuration induite par le séchage for composites avec billes de 4mm et l'orientation induite par 10% de séchage (Bisschop et al.2002)

### Effet de la rigidité d'agrégat

L'influence de la rigidité, ou module d'Young d'agrégat sur la fissuration induite par le séchage se traduit par la capacité de limiter la contraction de la matrice. (Carlson 1938) a comparé le retrait du béton avec différents types d'agrégats. Il apparaît que la rigidité d'agrégat détermine largement le retrait du béton. Maruyama et al. (2016) ont étudié l'impact des paramètres individuels sur la fissuration induite par le séchage par méthode numérique. Dans son étude, l'échantillon est soumis au séchage dans une direction mais les déformations sont empêchées dans l'autre direction, donc le module d'Young de l'agrégat avait peu d'effet sur la fissuration dans le béton. Le contraste entre le module d'Young de l'agrégat et la matrice cimentaire est un facteur important sur la fissuration induite par le séchage, mais la recherche à propos de ce sujet reste rare et nécessite des investigations plus détaillées.

### Effet de la rugosité de la surface d'agrégat

Les propriétés de la zone de transition interfaciale entre la matrice et l'agrégat affectent sérieusement la force de cohésion. Cet effet est important surtout pour l'échantillon soumis au séchage qui peut amener l'échantillon en tension. Les propriétés d'ITZ dépendent des caractéristiques de l'agrégat. Pour les granulats avec des surfaces bien polies, l'interaction entre les deux phases est plus faible. Pour les granulats poreux ou granulats avec la surface rugueuse, les produits d'hydratation peuvent pénétrer dans des cavités de la surface et cela renforce les liaisons entre eux. De ce fait, la rugosité de la surface d'agrégat aura une influence sur la caractérisation de fissuration induite par le séchage. Torsæter et al. (2015) ont étudié deux types de l'échantillon, un est préparé avec ciment Portland G à l'intérieur et à l'extérieur d'un tube en acier, l'autre est avec du ciment à l'intérieur d'un cylindre creux en grès. Pendant le durcissement du ciment, les échantillons sont maintenus dans un four à l'intérieur d'une cellule de pression à une température de 66°C et 15 bars de pression gazeux d'azote pour 7 jours. Les résultats montrent que (Fig 1.13), à l'extérieur du tube en acier, la discontinuité court généralement le long de l'interface et apparaît comme une zone de

mauvaise cimentation au lieu d'une fracture. Des fissures radiales visibles sont trouvées à l'extérieur du tube. La fracture le long de l'intérieur du tube en acier est plus ouverte et très proche de la paroi concave. Une discontinuité profonde est développée dans le ciment le long de l'interface entre le ciment et l'anneau de grès. La distance de la discontinuité à l'interface varie considérablement le long de la circonférence et la discontinuité est moins lisse.

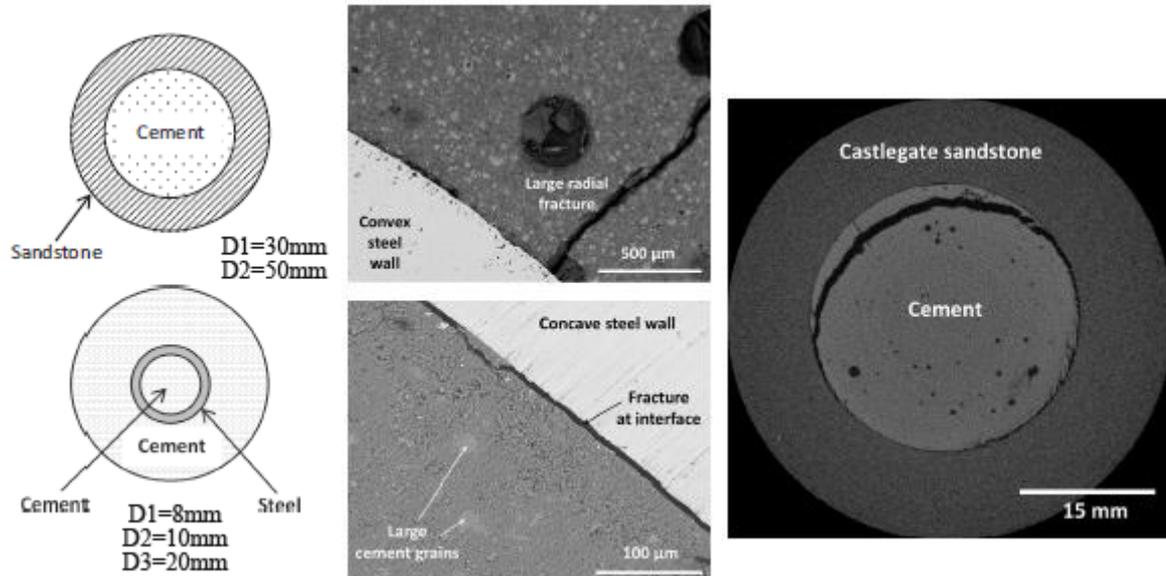


Fig 1.13 Illustration schématique des échantillons et résultats expérimentaux (Torsæter et al. 2015)

### Effet thermique

Dans l'expérience de séchage, la dilatation thermique et le retrait thermique sont également des parties importantes lorsque la température varie dans une grande gamme. Les contraintes thermiques peuvent être la force motrice possible du développement de la discontinuité à cause de la dilatation thermique différentielle entre la pâte de ciment et des agrégats. Un effet thermique peut se superposer à l'effet de séchage. Le coefficient de dilatation thermique (CTE pour « coefficient of thermal expansion » en anglais) pour la pâte de ciment est d'environ  $10$  à  $16 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$  généralement et peut atteindre à  $10$  à  $30 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ . La valeur exacte de ce coefficient dans une situation donnée dépend de la teneur en humidité, de la porosité, du rapport eau/ciment, de l'âge de la pâte de ciment et du type de ciment (Loser et al. 2010, Sellevold et Bjøntegaard 2006, Zeng et al. 2012, Sabri et Illston 1982). Le coefficient de dilatation thermique pour granulats dépend la nature des granulats et la température. Dans le travail de Cagnon et al. (2016), les déformations thermiques dans différentes conditions pour les agrégats et la pâte de ciment sont étudiées. La Fig 1.14 présente la déformation de la pâte de ciment initialement saturée, puis dans la condition de dessiccation et dans la condition protégée de la dessiccation (surface étanche) respectivement. La pâte de ciment est soumise aux différents cycles thermiques (chauffage, stabilisation et refroidissement) avec les températures maximales de  $20^\circ\text{C}$ ,  $40^\circ\text{C}$ ,  $60^\circ\text{C}$  et  $80^\circ\text{C}$ . Les résultats montrent que la pâte de ciment se dilate pendant le chauffage. Pendant la phase de stabilisation, un retrait endogène léger est produit pour l'échantillon dans la condition protégée de la dessiccation à cause d'une fuite du papier d'aluminium, alors qu'un retrait de dessiccation significatif lié à la perte d'eau est produit pour l'échantillon dans la condition de dessiccation. Au cours de la phase de refroidissement, un CTE un peu faible est observé. Par ailleurs, pour montrer la déformation

différente entre la pâte de ciment et l'agrégat, un test est réalisé avec une plaque de pâte de ciment initialement saturée dans laquelle un seul agrégat calcaire est placé au centre. La Fig 1.15 donne la déformation en fonction de la température pour la pâte de ciment et l'agrégat. On peut voir que la dilatation thermique différentielle est évidente.

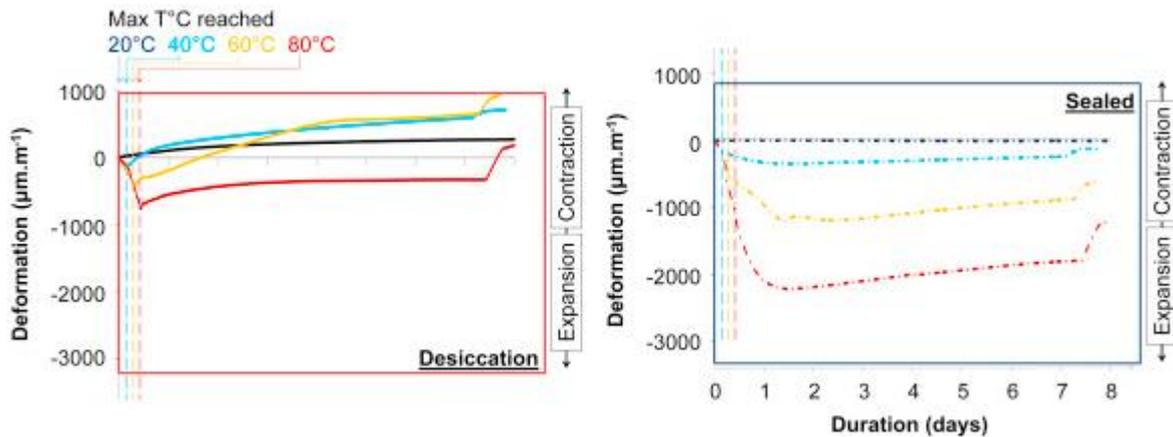


Fig 1.14 Déformation thermique de la pâte de ciment initialement saturée (Cagnon et al. 2016)

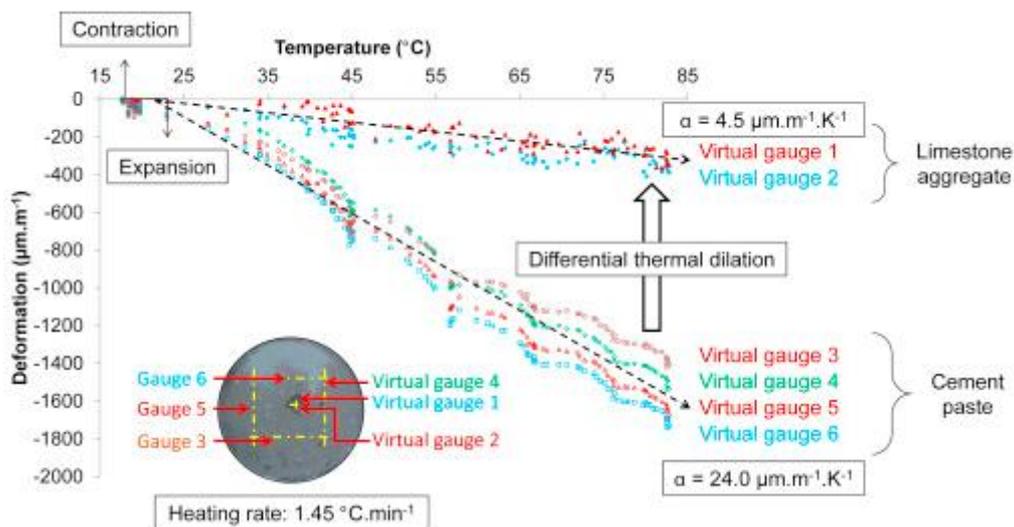


Fig 1.15 Déformation thermique pendant la phase de chauffage pour la pâte de ciment initialement saturée et dans la condition de dessiccation et l'agrégat calcaire (Cagnon et al. 2016)

### Effet de la forme de granulat

La forme complexe d'un granulat entraîne une restriction anisotrope autour des inclusions et peut provoquer une concentration de contraintes aux points anguleux. La plupart de l'étude expérimentale actuelle est réalisé en utilisant des inclusions sphériques comme les billes (Idiart et al. 2012). Les fissures générées sont sous forme radiale autour des inclusions et la distribution est uniforme essentiellement ou affectée par la distribution des inclusions environnantes. Les tests de séchage sont réalisés sous la restriction d'anneau ovale pour l'évaluation de la tendance à la fissuration du béton (Dong et al. 2016). L'épaisseur de paroi pour béton est de 37.5mm et pour l'anneau en acier est de 12.5mm. Lorsque l'axe

majeur/mineur de l'ellipse est égal à 150/60 ou 150/70, les fissures s'initient à proximité des sommets de l'axe majeur de l'anneau ovale à cause de l'effet géométrique.

#### Effet de l'absorption d'eau d'agrégats

La saturation en eau d'agrégats est un paramètre important pour comprendre le risque de fissuration du béton soumis au retrait empêché. L'impact se reflète principalement dans deux aspects. D'abord, l'agrégat est un matériau généralement peu poreux mais peut également se contracter ou gonfler. Cela peut entraîner des déformations et des contraintes. Ensuite, le concept de l'eau effective est pris en compte. L'absorption d'eau par granulats secs peut modifier le rapport eau/ciment effectif de la matrice. Un rapport eau/ciment faible peut causer une augmentation de retrait plastique et un risque de fissuration au jeune âge (Cortas et al. 2014). Cet effet peut également avoir des influences sur la résistance du béton (Alhozaimy 2009). En particulier, l'absorption d'eau par les granulats secs peut contribuer à une zone de transition interfaciale plus poreuse entre la matrice et l'agrégat (Pereira 2009).

#### Effet de chargement externe

Dans le travail de Sicard et al. (1992), les éprouvettes cylindriques (diamètre de 11.8cm et hauteur de 23.6cm) de béton à haute performance sont séchées à la température de 20°C et à l'humidité relative de 50%. Deux types d'expériences sont réalisés, avec éprouvettes non chargées et charge de fluage. L'observation d'une rosace d'orientation circulaire met en évidence également la distribution isotrope des microfissures dans le cas non chargé (Fig 1.16). En cas d'un chargement, l'orientation des microfissures est souvent alignée dans la direction de chargement. L'orientation principale des microfissures peut avoir des influences sur les propriétés de transport et le comportement mécanique.

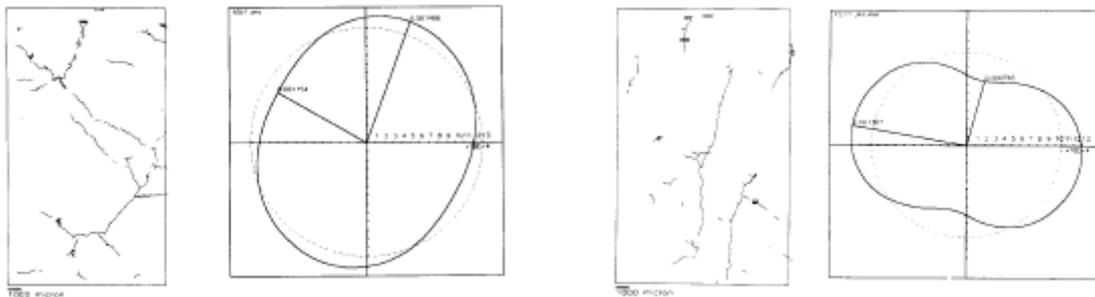


Fig 1.16 Microfissuration à la surface d'éprouvette en béton et la rosace d'orientation : (a) après 400 jours de dessiccation ; (b) après 430 jours de dessiccation et de fluage sous 17MPa (Sicard et al. 1992)

### **1.2.5 Isothermes de désorption de vapeur d'eau**

Les isothermes fournissent de nombreux renseignements sur le comportement hydrique du matériau et la structure des pores du matériau. La propriété de rétention d'eau est une propriété hydraulique importante liée à la taille et de la connectivité des espaces poreux, donc fortement affectée par la texture et la structure du matériau. La modélisation de l'écoulement de l'eau dans des milieux partiellement saturés nécessite la connaissance de l'adsorption et désorption de vapeur d'eau, qui joue un rôle essentiel dans le transport du milieu fluide. Certains modèles d'isothermes d'adsorption sont présentés dans cette section et les caractéristiques de rétention d'eau pour les matériaux cimentaires est décrit simplement. Ces

caractéristiques seront utiles pour la modélisation du comportement poromécanique des composites ciment-billes en séchage dans le chapitre consacré à ces aspects numériques.

### **1.2.5.1 Principes des isothermes d'adsorption**

Le principe général repose sur l'adsorption d'un gaz par un solide. Lorsqu'un solide est mis en contact avec des molécules de gaz (ou de vapeur), il existe une surface de discontinuité solide/gaz (interface). Des molécules sont retenues par les atomes superficiels du solide et se concentrent à la surface et se trouvent en équilibre : la densité du gaz donc augmente au voisinage de cette surface, c'est le phénomène d'adsorption. Ce phénomène spontané est dû à l'énergie superficielle et l'hétérogénéité de surface d'un solide. On distingue traditionnellement deux types d'adsorption pour le type de liaison solide/gaz selon la grandeur des énergies mises en jeu. Dans notre étude, nous sommes plus intéressés par l'adsorption physique qui ne concerne que les forces responsables des interactions entre les molécules de gaz et de la condensation des vapeurs et qui ne change pas les propriétés du matériau étudié du fait des énergies faibles.

L'isotherme d'adsorption des matériaux cimentaires appartiennent généralement au type IV selon la classification de l'I.U.P.A.C (l'International Union of Pure and Applied Chemistry, 1985), qui correspond aux solides dont la porosité varie de quelques nanomètres (nm) au micromètre ( $\mu\text{m}$ ) de diamètre, soit une porosité multi-échelles. Aux pressions relatives faibles, l'adsorption se produit par le remplissage des micropores. Lorsque la pression relative d'équilibre augmente, la surface du solide se recouvre d'une couche (l'adsorption monomoléculaire) qui s'épaissit progressivement (adsorption multimoléculaire). A partir d'une certaine pression, on peut observer une augmentation plus rapide de l'adsorption, due au phénomène de condensation capillaire dans les mésopores. L'isotherme d'adsorption et de désorption sont en général différentes, on observe entre ces deux courbes le phénomène d'hystérésis qui est fréquemment expliqué par la forme géométrique des pores, des vides étant connectés à leurs voisins par des cols de taille inférieure (effet « bouteille d'encre »).

L'isotherme d'adsorption est la relation entre la quantité adsorbée par unité de masse de solide et la pression d'équilibre à une température donnée. Elle est souvent présentée sous forme graphique par une courbe de la teneur en eau en fonction de l'humidité relative du milieu et peut également être traduite dans la courbe de pression capillaire de matériau en fonction du degré de saturation de l'eau liquide, qui est une équation d'état dans la modélisation du transport de l'humidité (Baroghel-Bouny, 2007).

### **1.2.5.2 Modèle de l'isothermes de désorption de vapeur d'eau**

Il existe déjà des théories classiques de la physisorption, comme la théorie d'adsorption monocouche ou multicouche (Langmuir 1918, Brunauer et al 1938). Mais compte tenu de la complexité des mécanismes de physisorption et de l'hétérogénéité de la plupart des surfaces solides et des structures poreuses, il est inévitable d'avoir des limitations dans les applications pratiques. Aucune théorie relativement simple ne peut s'adapter à l'isotherme d'adsorption entière sur une grande gamme de pores pour divers matériaux. Pour les matériaux cimentaires, les isothermes d'adsorption sont complexes, l'application des équations empiriques d'isothermes peut donc être efficace pour l'analyse des données expérimentales ou dans le domaine de la simulation numérique, même si elle peut avoir un peu de limitations dans

certaines modèles. Il existe un grand nombre de modèles développés sur des bases physiques ou empiriques dans la littérature pour obtenir ces relations d'une manière rapide et complète à partir de l'évaluation d'un petit nombre de paramètres liés à la nature du matériau. Une grande partie de ces fonctions sont proposées initialement dans le domaine du sol et peuvent être étendues aux matériaux cimentaires. Nous listons seulement quelques formules typiques dans le Tableau 1.1. Certains paramètres ont une signification physique et certains sont des paramètres d'ajustement. Une évaluation des performances des modèles dans les matériaux cimentaires a été réalisée dans la littérature par (Carlier et al. 2012).

Tableau 1.1 Modèles d'isotherme de désorption

Auteurs	Modèle	Paramètres
Guggenheim, Anderson, Boer (GAB) (Anderson 1946, de Boer 1953)	$\frac{n}{n_m} = \frac{C_1 k_1 H_r}{(1 - k_1 H_r)(1 - k_1 H_r + C_1 k_1 H_r)}$	$C_1, n_m, k_1$
Frenkel, Halsey, Hill (FHH) (Halsey 1948, Hill 1952)	$\left(\frac{n}{n_m}\right)^s = \frac{k}{-\ln(H_r)}$	$n_m, k$
Van Genuchten (1980)	$S_w = \left[ \frac{1}{1 + (\alpha p_c)^n} \right]^m$	$\alpha, n$ $m = 1 - 1/n$
Brooks et Corey (1964)	$S_r = 1$ si $p_c < p_{c0}$ ; $S_r = \left(\frac{p_{c0}}{p_c}\right)^\lambda$ si $p_c \geq p_{c0}$	$p_{c0}, \lambda$
Kosugi (1999)	$S_w = \frac{1}{2} \operatorname{erfc}\left(\frac{\ln(p_c/p_{cMD})}{\sqrt{2}\sigma}\right)$	$p_{cMD}, \sigma$
Bird et al. (2000)	$S_w = 1$ si $p_c < p_{c0}$ ; $S_w = 1 - \frac{p/(p+s)}{\theta_s} \left[ 1 - \left(\frac{p_{c0}}{p_c}\right)^{3-D} \right]$ si $p_c \geq p_{c0}$	$p, s,$ $p_{c0}, D$

### 1.2.6 Transferts d'humidité en milieu poreux

Dans les différents états de l'humidité relative, l'eau dans les pores peut exister sous différentes formes : gaz, liquide ou leur mélange. Au cours du processus de transfert d'humidité, il y a principalement deux lois qui gouvernent ces transferts : l'écoulement capillaire et la diffusion gazeuse.

La loi de Darcy exprime le débit d'un fluide incompressible filtrant au travers d'un milieu poreux uniforme, continu et isotrope. Cette loi montre que la vitesse de ce fluide est proportionnelle au gradient de pression hydrostatique :

$$\vec{v} = -\frac{k}{\mu} \cdot \vec{\nabla} P \quad (1.3)$$

où  $v$  est la vitesse ou vélocité macroscopique du fluide, flux en volume par unité de surface et de temps (en m/s) ;  $P$  le champ de pression ;  $k$  la perméabilité intrinsèque du milieu poreux

(m<sup>2</sup>);  $\mu$  la viscosité dynamique du fluide (Pa.s). La conductivité hydraulique ( $K$ ), appelée aussi coefficient de perméabilité, est un coefficient dépendant des propriétés du milieu poreux où l'écoulement a lieu et des propriétés du fluide concerné par les écoulements. Elle s'exprime donc en fonction des propriétés intrinsèques du milieu poreux et du fluide :

$$K = \frac{k \cdot \rho \cdot g}{\mu} \quad (1.4)$$

où  $K$  est la conductivité hydraulique (en m/s);  $\rho$  la masse volumique du fluide (kg/m<sup>3</sup>);  $g$  l'accélération de la pesanteur (m/s<sup>2</sup>).

La diffusion de la matière désigne la tendance naturelle d'un système à rendre homogènes les concentrations des espèces chimiques en son sein. Ce phénomène est régi par la loi de Fick. La première loi de Fick énonce que le flux de diffusion est proportionnel au gradient de concentration :

$$\vec{J} = -D \cdot \vec{\nabla} c \quad (1.5)$$

avec  $J$  est flux de fluide diffusant (en mol/m<sup>2</sup>/s);  $D$  diffusivité (en m<sup>2</sup>/s);  $c$  concentration en fluide diffusant (en mol/ m<sup>3</sup>).

Dans le cas d'écoulement multiphasiques en milieu poreux, la perméabilité relative ( $k_{ri}$ ) d'une phase est une mesure sans dimension de la perméabilité effective ( $k_i$ ) de cette phase. Elle est le rapport entre la perméabilité effective de cette phase et la perméabilité absolue ( $k$ ). Cela peut être considéré comme une adaptation de la loi de Darcy à un écoulement multiphasique (Quintard 1996). A l'état d'équilibre, nous pouvons écrire :

$$q_i = -\frac{k_i}{\mu_i} \vec{\nabla} P_i \quad \text{pour } i=1,2,\dots \quad (1.6)$$

$$k_{ri} = k_i / k \quad (1.7)$$

où  $q_i$  est flux ; l'indice  $i$  indique que les paramètres sont pour la phase  $i$ . la perméabilité absolue ( $k$ ) est la perméabilité du milieu poreux à écoulement monophasique. Selon cette approche, le débit de chaque phase est inhibé par la présence des autres phases. Ainsi, la somme des perméabilités relatives de toutes les phases est inférieure à 1. Les facteurs affectant les perméabilités relatives comportent la saturation des fluides, la mouillabilité, la géométrie des pores et la distribution de taille de pores ainsi que l'histoire de la saturation en fluide. Dans les applications, la perméabilité relative est souvent représentée comme une fonction de saturation de l'eau. Les perméabilités relatives pour l'eau et de gaz sont notées respectivement comme  $k_{rl}$  et  $k_{rg}$ . La perméabilité relative est la donnée essentielle en ce qui concerne la modélisation du transport de l'humidité. Van Genuchten (1980) a proposé un modèle (équation 1.8 et 1.9) qui est parmi les plus largement utilisés en génie civil pour la modélisation du transport de l'humidité.

$$k_{rl} = S_r^{0.5} \left[ 1 - \left( 1 - S_r^{1/m} \right)^m \right]^2 \quad (1.8)$$

$$k_{rg} = \left( 1 - S_r \right)^{0.5} \left( 1 - S_r^{1/m} \right)^{2m} \quad (1.9)$$

Le Tableau 1.2 présente certaines valeurs mesurées de la perméabilité des matériaux cimentaires. Parmi ces valeurs, on peut observer que des perméabilités mesurées à l'eau sont plus faibles que celles-ci mesurées au gaz. La principale explication de cette différence réside dans la généralisation de loi de Darcy aux matériaux cimentaires, c'est-à-dire que les conditions ne correspondent pas strictement aux hypothèses d'application de la loi. Ceci conduit d'une part à la surévaluation des mesures de perméabilité au gaz et d'autre part à la sous-évaluation des mesures de perméabilité à l'eau (Picandet, 2001). L'effet de Klinkenberg est également invoqué comme une raison de la différence entre la perméabilité à gaz et à l'eau. (Loosveldt et al. 2002) En outre, les interactions chimiques entre l'eau et la matrice solide peuvent intervenir dans la mesure de la perméabilité à l'eau.

Tableau 1.2 Valeur de la perméabilité des matériaux cimentaires

Auteurs	Matériau	Fluide d'injection	Perméabilité (m <sup>2</sup> )
Rougelot (2008)	Mortier (E/C=0,5)	Ethanol	1,8×10 <sup>-18</sup>
	Mortier (E/C=0,8)	Ethanol	1,4×10 <sup>-17</sup>
	Pâte de Ciment (E/C=0,5)	Argon	3,15×10 <sup>-16</sup>
	Pâte de Ciment (E/C=0,8)	Ethanol	1,8×10 <sup>-16</sup>
Skoczylas et al. (2007)	Mortier (E/C=0,5)	Gaz	2×10 <sup>-18</sup>
		Eau	<1×10 <sup>-19</sup>
Powers (1979)	Pâte de Ciment (E/C=0,5)	Eau	5×10 <sup>-21</sup>
Baroghel-Bouny (2007)	Béton (CEM I)	Gaz	54×10 <sup>-18</sup>
		Eau	8.8×10 <sup>-20</sup>
Yang (2011)	Béton CEM I	Eau	(0,01~3)×10 <sup>-19</sup>
Chen et al. (2012)	Béton CEM I	Gaz	(2~4.4)×10 <sup>-18</sup>

### 1.2.7 Effet de la dessiccation sur le comportement mécanique

Des caractéristiques mécaniques des matériaux cimentaires sont fonction des conditions hydriques auxquelles ils sont soumis (Pihlajavaara 1974, Torrenti 1987, Burlion 2005, Yurtdas 2003, Brue 2009). Un matériau uniformément sec est plus résistant qu'un matériau uniformément humide. Et en cours de séchage, la résistance à la compression et le module d'Young sont plus faibles à cause de l'effet de structure. Le séchage induit des variations dimensionnelles et une microfissuration, qui peut être à l'origine de la dégradation des propriétés mécaniques du béton (résistance, module d'Young). La Fig 1.17 présente l'évolution de la résistance uniaxiale et déviatorique en fonction du temps de séchage et du mode de conservation d'un mortier (E/C0.5) (Yurtdas 2003). L'effet de la dessiccation a des influences claires sur la résistance maximale. L'augmentation de résistance peut atteindre 20%-30%. L'augmentation de la résistance uniaxiale des éprouvettes avec la dessiccation est

attribuée à deux phénomènes : l'effet de la dépression capillaire et l'effet des gradients hydriques. Le premier provoque une mise en compression du squelette solide conduisant à une « précontrainte » du mortier qui devient plus résistant. La deuxième met en traction les surfaces externes et en compression le cœur. La contrainte de confinement hydrique induit donc une augmentation de la capacité portante du mortier : l'éprouvette est « auto-frettée ». Par ailleurs, en tenant compte de la faible perméabilité de ce matériau, la compression des éprouvettes saturées en eau met en surpression le fluide interstitiel qui a un effet moteur sur la propagation et l'ouverture des microfissures dues à la charge axiale. Mais cet effet diminue au cours du séchage. La même tendance d'augmentation est observée dans d'autres travaux (Okajima et al.1980, Popovics 1986), bien qu'il y ait des évolutions différentes dans certains travaux (Pihlajavaara 1974, Torrenti 1987). De même, les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson sont également affectées par la perte en eau (Fig 1.18). Les données de la littérature pour des sollicitations en traction directe sont parcellaires et aussi contradictoires avec l'effet compétitif de la fissuration et de la mise en précontrainte du matériau.

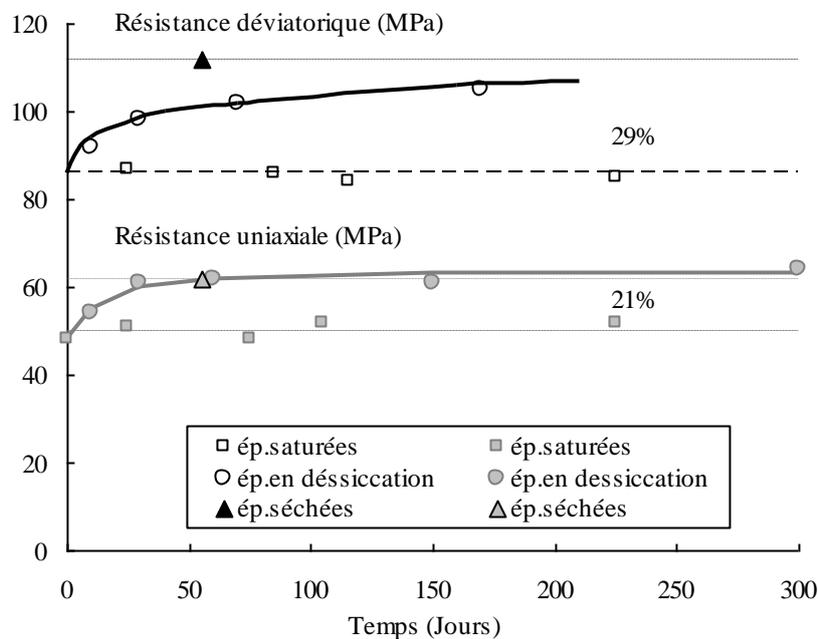


Fig 1.17 Evolution des résistances uniaxiale et triaxiale (à 15MPa de confinement) à la rupture en fonction du temps de séchage et du mode de conservation (Yurtdas 2003)

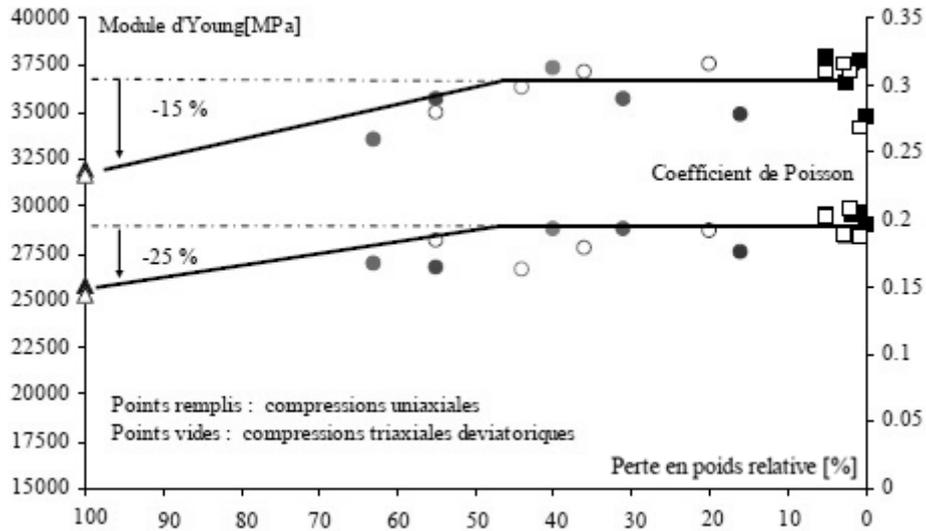


Fig 1.18 Evolution du module d'Young et du coefficient de Poisson en fonction de la perte en poids du mortier05 (Yurtdas 2003)

### 1.2.8 Le comportement mécanique du béton

Comme nous l'avons présenté dans la section précédente, les matériaux cimentaires sont généralement soumis à diverses sollicitations couplées telles que mécanique, hydraulique, thermique et chimique. La dessiccation ou l'humidification d'une construction en béton joue un rôle essentiel sur l'évolution des propriétés mécaniques et de transport de ces matériaux. Pour mieux comprendre les mécanismes associés au séchage et à la fissuration, une modélisation du comportement hydromécanique des matériaux cimentaires est nécessaire, surtout dans les conditions partiellement saturées.

Les matériaux cimentaires présentent généralement des comportements mécaniques complexes selon les différentes compositions, microstructures et les sollicitations appliquées au matériau. En pratique, on s'intéresse aux caractéristiques fondamentales du matériau. La réponse mécanique triaxiale du béton à faible compression de confinement présente principalement trois phases (Fig 1.19) : une phase élastique linéaire correspond à la déformation réversible qui représente le comportement de compressibilité élastique, une phase d'écrouissage correspond à la déformation plastique qui est essentiellement induite par la formation des bandes de cisaillement et une phase d'adoucissement avec une accélération de la microfissuration.

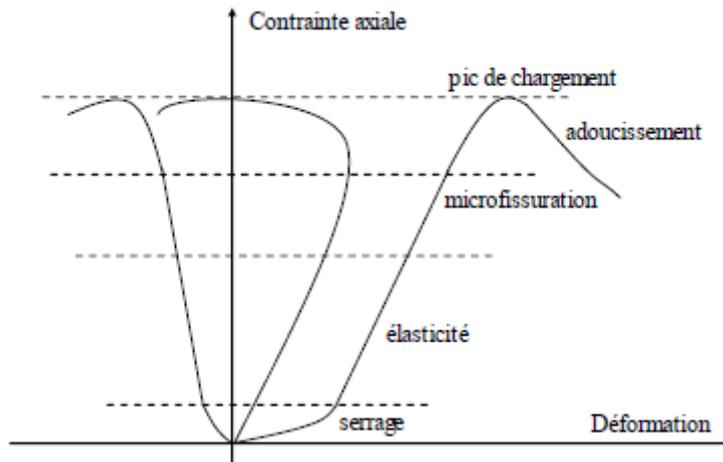


Fig 1.19 Comportement mécanique du béton sous faible pression de confinement (Burlion 2002)

Une transition fragile-ductile du comportement mécanique est mise en évidence par nombre d'études expérimentales (Jamet et al. 1984, Sfer et al. 2002) (Fig 1.20) avec l'augmentation de la pression de confinement. On peut constater que l'écroutissage plastique devient plus important avec l'augmentation de la pression de confinement, tandis que le phénomène d'adoucissement diminue.

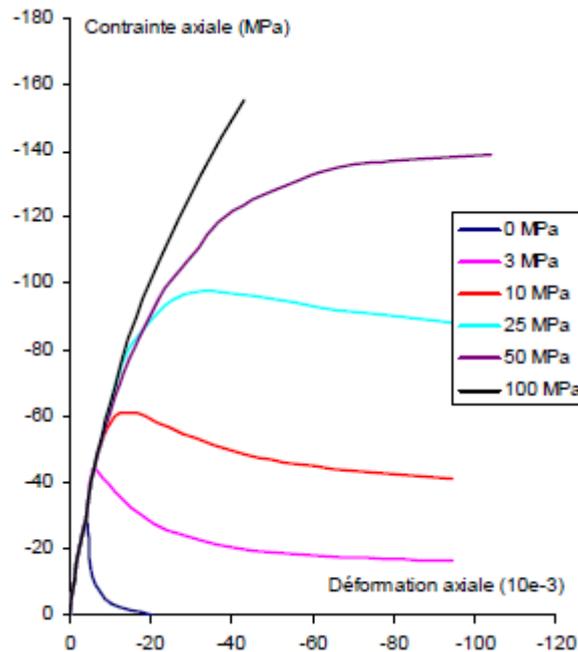


Fig 1.20 Dépendance du comportement mécanique en compression avec l'augmentation de pression de confinement sur un béton ordinaire (Jamet 1984)

Le comportement des bétons en traction présente également trois phases (Fig 1.21) : une phase élastique linéaire, une phase non-linéaire avant le pic en contrainte et une phase adoucissante. Cependant, un développement rapide de fissures peut être observé au cours des essais en traction sans déformations plastiques notables (Rougelot 2008, Camps 2008). Donc, le comportement en traction plus important est l'endommagement qui est induit par le développement des fissures ouvertes.

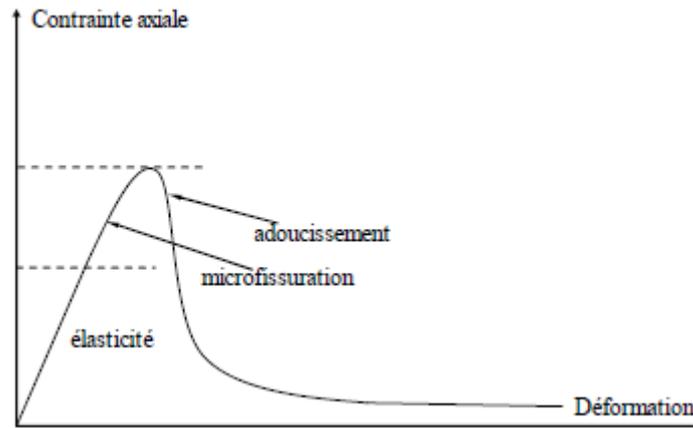


Fig 1.21 Comportement représentatif du béton sous traction simple (Chen 2005)

Afin de décrire le comportement mécanique des matériaux cimentaires, le modèle élastoplastique est plus fondamental et classique pour le comportement en compression. Dans le cadre général de modélisation de la plasticité, de nombreux modèles constitutifs ont été développés avec des fonctions spécifiques de potentiel plastique, de surface d'écoulement et une fonction d'écrouissage plastique en fonction du comportement du matériau considéré. Cependant, un endommagement induit par la propagation de microfissures est important pour les géomatériaux. Parmi l'ensemble des modèles proposés dans la littérature, il apparaît que les modèles élastoplastiques couplés à l'endommagement sont les plus adéquats pour reproduire les principales phases du comportement mécanique observé (Mazars 1984, Ju 1989, Hayakawa et Murakami 1997, Chiarelli et al. 2003). Les résultats avec ces modèles sont cohérents avec les résultats expérimentaux. De plus, un modèle élastoplastique couplé à l'endommagement a déjà été étendu à des conditions partiellement saturées afin d'étudier les comportements hydromécaniques couplés dans les processus de séchage/imbibition (Shao et al. 2006, Jia et al 2007).

Dans notre étude, le chargement mécanique externe n'existe pas lors de la dessiccation, la sollicitation considérée est donc la pression capillaire. Le niveau de compression de confinement considéré est donc faible. Deux mécanismes principaux de déformation, la plasticité et l'endommagement induit par la microfissuration, seront pris en compte dans la modélisation du comportement mécanique du matériau cimentaire faisant l'objet de la présente étude.

## Conclusions

Les matériaux étudiés qui seront étudiés dans ce travail sont des pâtes de ciment, des mortiers et des composites-modèles ciment-inclusions sphériques. Ce chapitre était destiné à la présentation de la structure poreuse et des comportements hydriques et mécaniques des matériaux cimentaires.

En conclusion, on constate qu'il est nécessaire de s'intéresser à la porosité et aux transferts quand on s'intéresse à la durabilité des bétons. La durabilité des bétons est un problème à long terme et lié étroitement à l'environnement. Le comportement mécanique de ces matériaux est donc affecté par l'échange avec le milieu extérieur et la modification de la microstructure. La porosité détermine initialement les propriétés du matériau (perméabilité,

capacité de rétention d'eau, microstructure...). Les transferts de l'eau sont liés à divers phénomènes intervenant dans les processus de dégradation et peuvent provoquer des changements de microstructure.

Le séchage est une des causes importantes d'apparition de fissuration qui peut modifier les caractéristiques de transferts et les propriétés mécaniques du matériau. Le phénomène de séchage est très courant pendant la vie des constructions. Les variations dimensionnelles importantes et la fissuration causées par les changements d'humidité sont inévitables. Le retrait de dessiccation, l'effet de structure et des effets locaux sont à l'origine de la création des microfissures généralement par dépassement de la résistance à la traction.

Dans la bibliographie, un certain nombre de recherches ont montré les facteurs qui pouvaient influencer la fissuration de séchage dans les matériaux cimentaires, et surtout les propriétés de granulats (taille, quantité, rigidité...). Ces divers facteurs essentiels jouent un rôle sur la microfissuration et interviennent de manière couplés. Cela est un sujet important dans l'étude de la durabilité des matériaux cimentaires soumis au séchage. Mais une étude plus « fine » (à l'échelle de la méso ou microstructure) est nécessaire pour essayer de mieux comprendre la fissuration observée, et notamment sur les aspects liés à l'influence des granulats sur cette fissuration.

En se basant sur ces travaux de recherche et dans le cadre de la thèse, on se propose de se limiter aux effets liés à la rigidité des inclusions et à leur surface et enfin de valider les résultats expérimentaux (i.e. les mécanismes identifiés) par une approche numérique. Le prochain chapitre va ainsi se concentrer sur l'effet du séchage d'un point de vue expérimental. L'obtention de résultats de l'influence des granulats sur la fissuration et l'évolution du réseau de fissures pour enrichir les études dans ce domaine et approfondir la compréhension des mécanismes associés est donc primordiale. En particulier, le recours à des techniques d'observation en microtomographie par rayons X est proposé à cette fin.

# **Chapitre 2 Etude du séchage et fissuration de matériaux cimentaires par microtomographie à rayons X et comportement mécanique triaxial**

## **Introduction**

La microtomographie par rayons X est un outil très précieux pour avoir accès aux détails de la microstructure d'un matériau d'une manière non destructive. Elle est donc très attractive en science des matériaux puisque la relation entre les propriétés macroscopiques et la microstructure d'un matériau est très souvent nécessaire. Le développement rapide des détecteurs donne accès à une grande quantité d'informations. Les avancées de ces techniques permettent d'identifier des caractéristiques méso ou microscopiques sur les matériaux (par exemple un réseau de fissures) et ouvrent de nouvelles perspectives.

Dans ce chapitre, les principes généraux de la microtomographie seront présentés en montrant l'intérêt du recours à cette technique dans le cadre de notre étude, et serviront à faciliter la compréhension et l'analyse des expériences proposées. La campagne expérimentale menée sera détaillée : le choix des matériaux utilisés et les protocoles pour les essais de séchage sous microtomographie seront précisés. La procédure de traitement aura pour objectif de caractériser et quantifier au mieux le réseau de fissures et d'obtenir son évolution entre différents stades de désaturation. Les fissures de faibles dimensions (de l'ordre de la dizaine de micromètres) devront pouvoir être identifiées. Les résultats expérimentaux seront présentés et analysés en détail. D'autre part, une série d'essais mécaniques sera présentée dans le but de mieux définir le comportement mécanique de la pâte de ciment qui est un composant important des matériaux étudiés dans ce mémoire, en tant que matrice des composites cimentaires. Les résultats obtenus sur le comportement de la pâte de ciment serviront ensuite de paramètres pour la partie suivante consacrée à la modélisation des phénomènes.

## **2.1 Microtomographie par rayons X**

### **2.1.1 Principes généraux de la microtomographie**

La microtomographie par rayons X (micro computed tomography, X- $\mu$ -CT) permet d'identifier la géométrie interne d'un matériau en mode virtuel (par une coupe de tranche ou un volume en trois dimensions) sans détruire l'objet original. La taille de pixel dans ces images est dans la gamme du micromètre. Cette technique a été développée premièrement dans le domaine médical et ensuite utilisée dans de nombreux domaines de l'industrie. Les techniques les plus communes pour caractériser la structure à l'aide des rayons X sont l'analyse des rayons transmis (nommée microtomographie par transmission, Peix et al. 2000) et l'analyse des rayons diffractés (nommée microtomographie par contraste de phase, Cloetens et al. 2000). La première permet de visualiser la texture interne grâce aux écarts d'absorption des rayons X entre les constituants du matériau et la deuxième peut détecter de manière fine les frontières entre ces constituants. Ces deux techniques sont donc

complémentaires. Dans cette étude, on s'intéresse plutôt à la microstructure du matériau et à une quantification de certaines de ces caractéristiques (taille et ouverture des fissures qui seront donc discernables par différence d'absorption de rayons X comparativement à la matrice cimentaire et aux granulats) : la technique de microtomographie par transmission est utilisée et sera présentée.

La microtomographie par transmission exploite la loi de Beer-Lambert et la transformée de Radon inverse. La loi de Beer-Lambert (Eq.2.1) traduit le phénomène d'atténuation du faisceau transmis. Quand un faisceau connu de rayons X unidirectionnel (l'axe des X) passe à travers le matériau pour une énergie de photon constante, l'intensité du faisceau après absorption  $I(y, z)$  peut être mesurée par le détecteur (coordonnées  $y, z$ ). Il dépend de l'atténuation linéaire des phases présentes dans le matériau et de leurs épaisseurs. De même, pour chaque angle de projection ( $\theta$ ) la relation suivante est donnée pour chaque pixel de détecteur:

$$I(y, z, \theta) = I_0 e^{-\int \mu(x, y, z, \theta) dx} \quad (2.1)$$

où  $I_0$  est l'intensité du faisceau émis ( $W.m^{-2}$ ) ;  $\mu(x, y, z, \theta)$  est le coefficient d'atténuation linéaire le long du trajet de rayons X ( $m^{-1}$ ), qui dépend de la densité de la phase considérée et du numéro atomique de l'élément traversé et des énergies des photons X. La valeur de l'intégrale de  $\mu(x, y, z, \theta)$  pour un grand nombre d'angles  $\theta$  est nommée transformée de Radon de coefficient d'atténuation du matériau. La représentation graphique de cette transformée est donnée par le sinogramme dans lequel les valeurs de gris sont affichées pour chaque projection dans un référentiel ( $U, \theta$ ). L'inversion de ce type d'intégrale repose sur le théorème de la tranche centrale. L'inversion de la matrice de Radon introduit des temps de calcul très long et de grande capacité pour stockage. En pratique, on préfère substituer des algorithmes de mise en œuvre plus rapide, ceux qui sont le plus couramment utilisés sont les méthodes de rétroprojection filtrée (Natterer 1999) et la méthode itérative (Beister et al. 2012). En fait, la reconstruction par la rétroprojection n'est pas identique à l'objet initial, donc la méthode de rétroprojection filtrée consiste à amplifier proportionnellement les hautes fréquences à l'aide d'un filtre puis à revenir par transformation de Fourier inverse dans l'espace réel avant d'effectuer les opérations de rétroprojection.

### 2.1.2 Dispositif et procédure expérimentale d'une tomographie

Le dispositif de base consiste à placer un échantillon entre une source de rayons X et un détecteur, puis d'acquérir des radiographies 2D de l'échantillon sous différents angles d'observation (l'échantillon est positionné sur un plateau rotatif, Fig 2.1). Enfin, ces radiographies obtenues sont utilisées pour la reconstruction par un algorithme de reconstruction se basant sur la transformée de Radon inverse. Le volume reconstruit est une cartographie tridimensionnelle des coefficients d'atténuation de l'objet étudié.

L'obtention de tomographies nécessite donc la sélection d'une source de rayons X. Deux principales sources existent : les rayons X issus du rayonnement synchrotron et ceux issus de générateurs électriques souvent utilisés dans les tomographes de laboratoire. Ils reposent sur des phénomènes physiques différents.

Pour le faisceau synchrotron, des particules chargées sont maintenues à des vitesses relativistes dans un anneau de stockage où elles subissent une accélération centripète provoquant l'émission d'un rayonnement électromagnétique : c'est le rayonnement synchrotron et ce faisceau est parallèle. Grâce à sa haute énergie, sa concentration et sa monochromaticité, la phase d'acquisition des données est rapide, les artefacts de durcissement de faisceau sont inexistantes et la qualité des images obtenues est généralement très bonne.

En tomographe de laboratoire, un flux d'électrons est généré en chauffant un filament (de tungstène par exemple) et ces électrons sont ensuite accélérés par un champ électrique et focalisés sur une cible par un champ magnétique. Les électrons interagissent alors avec la matière et émettent un rayonnement X. Avec cette ressource, le temps d'acquisition est plus long et peut varier d'une demi-heure à quelques heures selon la résolution, la taille de l'échantillon, la source de rayons X, la taille de la caméra et la mode d'acquisition. Les rayonnements X émis en laboratoire sont en outre polychromatiques. Par conséquent, des traitements seront nécessaires pour tenir compte des artefacts liés à cette polychromaticité. Dans ce cas, le faisceau émis est conique, l'algorithme de reconstruction est alors plus complexe, mais on peut profiter d'un agrandissement géométrique de l'échantillon. L'échantillon peut être déplacé entre la source et le détecteur pour ajuster et trouver la bonne résolution, mais comme la taille du détecteur est fixée, un compromis doit être trouvé entre la taille de l'échantillon et la résolution. Par ailleurs, pour des objets un peu longs dans l'axe vertical, le mode d'acquisition hélicoïdal peut être utilisé : il s'agit de faire tourner l'échantillon et en même temps de déplacer verticalement la source et le détecteur. Cette technique peut réduire les artefacts en anneau.

L'étude conduite ici utilisera un microtomographe de laboratoire dont les principales caractéristiques sont rappelées dans les sections suivantes.

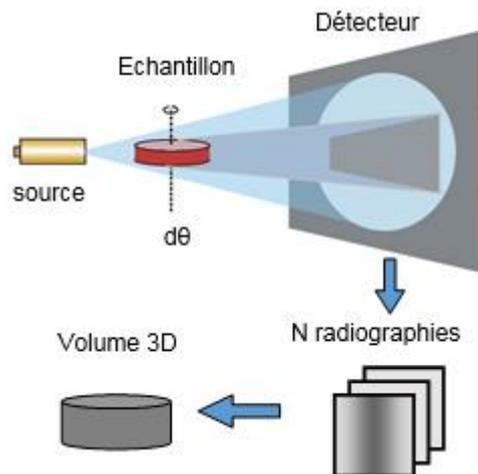


Fig 2.1 Acquisition et reconstruction de microtomographie

### 2.1.3 Artefacts et remèdes

Afin d'obtenir une bonne qualité d'images, certains traitements sont nécessaires pour réduire les défauts inhérents à la technique d'acquisition. Les artefacts peuvent être dus à la source (le flou géométrique, le durcissement de faisceau, la diffusion des photons, les points chauds), à l'objet (lors de l'interaction rayonnement-matière), au détecteur (l'artefact en anneau, la

variation de gain, le courant d'obscurité, la rémanence) ainsi qu'à l'algorithme de reconstruction (aliasing). Le but est de minimiser l'écart entre la « valeur mesurée » et la « valeur réelle ». Certains défauts, qui pourront être rencontrés par l'utilisation d'un microtomographe de laboratoire à faisceau X conique polychromatique ainsi que les solutions de traitement proposées sont présentés dans la suite.

### 2.1.3.1 Durcissement de faisceau

Le durcissement de faisceau est engendré par la polychromaticité du rayonnement X (Seret et Hoebeke 2006). Lors de l'interaction rayonnement-matière, les composantes chromatiques du rayonnement avec les plus faibles énergies sont plus atténuées que les autres, les photons de plus haute énergie traversent les zones épaisses, le faisceau de rayon X donc se durcit (Fig 2.2 (a)) avec une énergie moyenne plus élevée. Ce phénomène se traduit par une variation de la densité optique sur l'image reconstruite dit « effet de cuvette » (cupping artifact) : les valeurs de coefficient d'atténuation mesurées en partie centrale sont sous-estimées et ce partie apparaît plus sombre (Fig 2.2 (b)). Dans le cas où plusieurs inclusions avec de forts coefficients d'atténuation sont présentes dans le matériau, l'effet de durcissement de faisceau se traduit par des bandes (streaking artifact) le long de la direction du faisceau, donc le coefficient d'atténuation linéaire est sous-estimé dans cette direction (Fig 2.3 (a)).

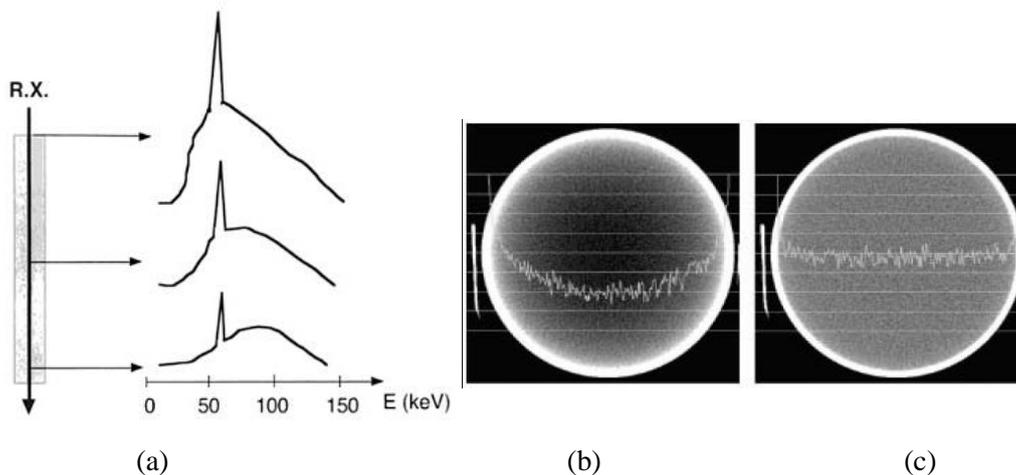


Fig 2.2 (a) Illustration du durcissement du faisceau lors de son passage à travers la matière (Seret et Hoebeke, 2006) ; (b) Illustration de l'effet de cuvette dans une éprouvette; (c) Après recalage sur courbe des niveaux de gris (Barrett et Keat 2004)

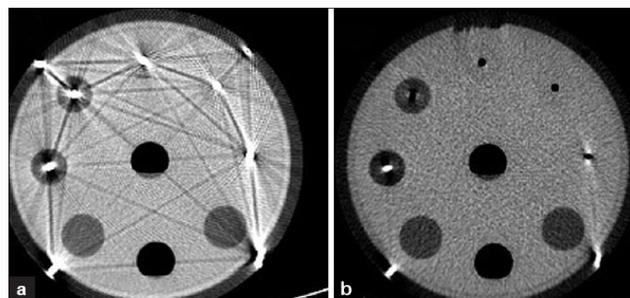


Fig 2.3 Des bandes (a) avec aucun filtre ; (b) avec un filtre en cuivre d'épaisseur 3mm (Kheruka et al. 2011)

Pour diminuer le durcissement de faisceau, certaines méthodes de corrections peuvent être utilisées.

(1) Utilisation d'un filtre métallique en aluminium ou cuivre collé sur la source (Kheruka et al. 2011). Les photons de faible énergies peuvent être éliminés avant passage dans l'échantillon, donc le faisceau est pré-durci (Fig 2.3 (b)). Le point faible de cette technique est que le nombre total des photos X est réduit, une dose plus importante peut être nécessaire.

(2) La linéarisation (Hammersberg et Mangard, 1998). Cette correction est une procédure d'ajustements des courbes d'atténuation d'un matériau donné. Une approximation de l'effet de durcissement de faisceau peut être exprimée par une fonction polynomiale ou bien basée sur d'autres modèles physiques (Van de Casteele et al. 2004). Cela permet une application d'une correction des projections polychromatiques, en leur imposant un comportement linéaire en fonction des distances traversées (Fig 2.2 (c)). Cette méthode est simple et elle a montré une très grande efficacité pour des objets homogènes.

(3) Les méthodes à double énergies (dual-énergie) (Lehmann et al. 1981). Cette méthode se base sur l'acquisition à deux niveaux d'énergies différentes. Dans le domaine d'énergie considérée pour les photons X, les processus physiques dominants sont l'effet photoélectrique et l'effet Compton. En faisant l'hypothèse que le coefficient d'atténuation linéaire est la somme des processus physiques impliqués, pour une énergie, le coefficient d'atténuation linéaire peut être écrit comme une combinaison linéaire de ces deux effets. Etant donné qu'il est impossible de trouver un exposant à l'effet photoélectrique qui est valide pour tous les éléments, un exposant avec une valeur constante est utilisé pour le numéro atomique variant entre 4 et 13 (Christ 1984). Elle est donc déconseillée pour l'étude des aciers mais conviendrait bien pour une utilisation dans le domaine médical. L'utilisation de cette méthode dans un matériau géologique (charbon) est présentée par Remeysen et Swennen (2006). L'amélioration du contraste en utilisant la tomographie dual-énergie par rapport à la tomographie mono-énergie est présentée par Schock et al. (2016).

(4) La post-reconstruction. Cette méthode consiste à déterminer la différence entre les projections monochromatiques et polychromatiques pour estimer la quantité de correction exigée. Elle nécessite une bonne connaissance du spectre X utilisé et des caractéristiques d'atténuation du matériau (Nalcioglu et Lou 1979).

### **2.1.3.2 Artefacts en anneaux**

Les artefacts en anneaux (ring artifact) sont des phénomènes apparaissant comme des cercles ou des portions de cercles centrés sur l'axe de rotation de l'éprouvette sur les coupes tomographiques reconstruites (Fig 2.4 (a)) (Haus 2012). Ce phénomène est la conséquence d'une mauvaise interprétation des données par l'algorithme de reconstruction et dû à des défauts du détecteur (pixels « morts ») qui peuvent agir sur l'ensemble de projections au même endroit. Selon les caractéristiques fondamentales du sinogramme, l'image d'un point du détecteur se traduit par une droite dans le sinogramme. Donc, une série de pixels avec des valeurs erronées va apparaître sur le sinogramme comme une ligne, et comme un cercle ou portion de cercle sur la reconstruction. La correction peut alors se faire sur les sinogrammes des sections de l'objet où ils se présentent sous la forme de droites (Fig 2.4 (b)). Une méthode couramment utilisée est l'algorithme d'effacement de bandes utilisant une correction par moyenne lissée. La moyenne est calculée sur l'ensemble des positions angulaires du

sinogramme, sur cette figure, un anneau est se présente par un pic (Fig 2.4 (c)). La correction alors consiste à éliminer ces pics en lissant la moyenne par filtrage. Le filtre utilisé est un filtre de Savitzky-Golay (un polynôme d'ordre 4) (Bernard et Chirazi 2006). Pour bien traiter ces artefacts, comme éviter de traiter la totalité des données, considérer la situation des anneaux incomplets et les bords circulaires de l'échantillon, plusieurs paramètres sont nécessaires à la correction comme présentés dans le travail de Hauss (2012).

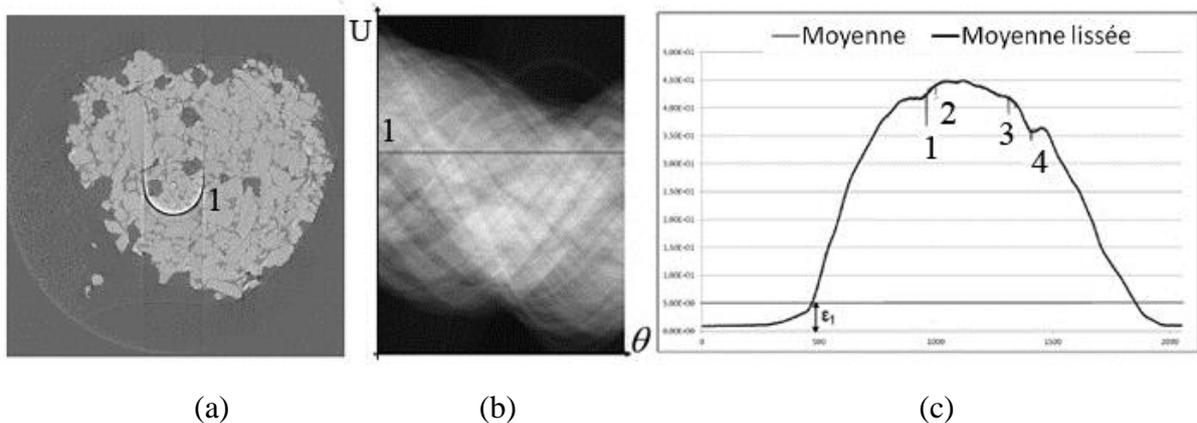


Fig 2.4 Illustration des artefacts en anneaux (a) sur une section d'éprouvette ; (b) sur un sinogramme ; (c) corrigés par moyenne lissée (Hauss 2012)

### 2.1.3.3 Points chauds et la diffusion des photons X

Ces artefacts sont engendrés par les photons très énergétiques (rayons cosmiques, réémissions des photons de haute énergie, etc.), causés par des coups directs des photons sur le détecteur. Ils se traduisent par des stries parasites dans toutes les directions : le coefficient d'atténuation linéaire est alors surestimé (Fig 2.5). Ce phénomène se produit souvent dans des situations de haute énergie avec des flux de photons élevés, comme lors d'acquisitions sous rayonnement synchrotron. Pour réduire les influences des points chauds, la méthode de filtre médian est bien adaptée (Hauss 2012).

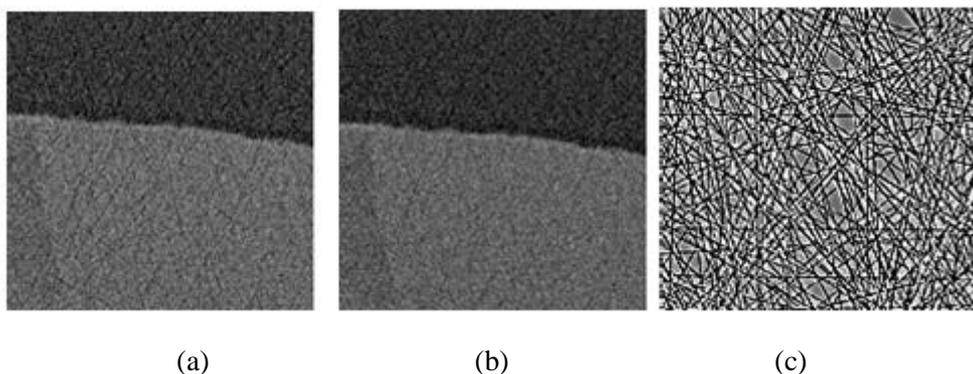


Fig 2.5 (a) Zoom sur une partie de la section avec des points chauds ; (b) Après correction ; (c) Défauts de points chauds supprimés (Hauss 2012)

Le système de microtomographie à faisceau conique est l'un des systèmes les plus performants (après la tomographie synchrotron) sur le temps d'acquisition et la qualité d'image, mais il existe un phénomène qu'il faut corriger : c'est la diffusion des photons X.

Dans les systèmes « faisceau en éventail », le faisceau X est émis de la source et dirigé le long de la direction planaire étroite grâce à l'utilisation d'un collimateur, de sorte qu'une grande partie des photons diffusés sortent du champ de vue du détecteur (unidimensionnel). Cependant, dans les systèmes « faisceau conique », avec des détecteurs plats bidimensionnels, le champ de vue est plus grand et le nombre de photons diffusés qui est reçu par le détecteur peut être grand (Fig 2.6). Par ailleurs, la diffusion du rayonnement dépend aussi de la section du faisceau, de l'épaisseur traversée, de la tension et du numéro atomique. Afin de réduire ces artefacts, trois catégories de méthodes peuvent être employées : l'élimination physique des rayonnements diffusés avant la détection (Kyriakou et Kalender 2007); une correction numérique des données après l'acquisition (Seibert et Bonne 1988); l'utilisation des bloqueurs de faisceaux (Rinkel et al. 2007).

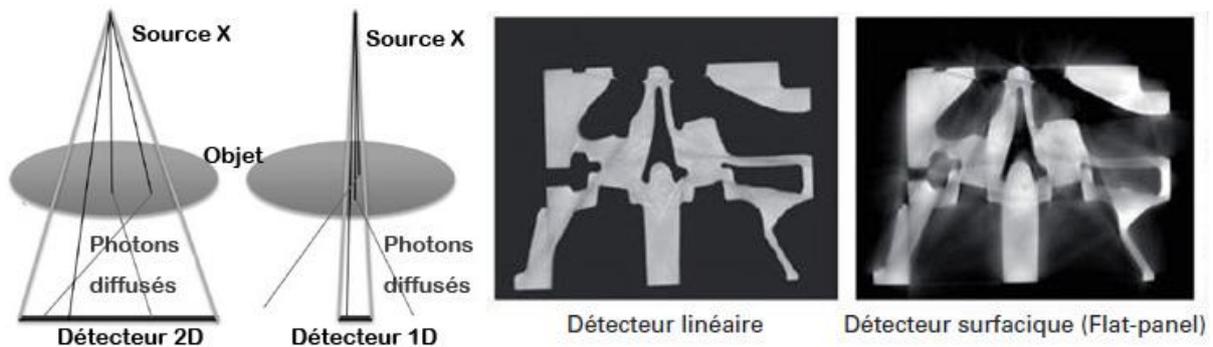


Fig 2.6 Illustration de la diffusion des photons X (Koubar 2013, Thierry 2013)

#### 2.1.3.4 Aliasing

L'aliasing est un effet qui entraîne que différents signaux deviennent indiscernables (ou alias d'un autre) lorsque échantillonnés. Il se réfère également à la distorsion ou un artefact qui se produit lorsque la reconstruction du signal à partir d'échantillons est différente du signal continu original. Cet artefact est une conséquence directe de la double discrétisation nécessaire à la reconstruction microtomographique, donc il est engendré par l'algorithme de reconstruction (Kak et M. Slaney 1988). Selon le théorème d'échantillonnage de Shannon-Nyquist, les données originales doivent être échantillonnées à un taux d'au moins deux fois la plus haute fréquence spatiale contenue dans le signal (Hsieh 2003). Donc, dans le cas où l'intervalle d'échantillonnage est plus grand que l'intervalle du signal traité, en particulier, quand l'image présente un fort contraste entre deux phases sur un petit domaine de transition, ce théorème n'est plus respecté et ce phénomène apparaît (Fig 2.7). Pour réduire ces artefacts, il est nécessaire d'augmenter la fréquence d'échantillonnage, ou augmenter le nombre de pixels sur une largeur d'image, de même que le nombre de projections utilisées.

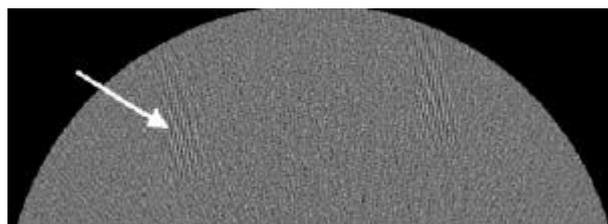


Fig 2.7 Illustration d'aliasing (Barret et Keat 2004)

#### **2.1.4 Utilisation de la microtomographie par rayons X pour les matériaux cimentaires**

Dans notre étude, l'objectif pour l'expérience de séchage est d'observer l'évolution de la microstructure, surtout la fissuration au cours du séchage dans les différentes conditions. Une recherche sur l'utilisation de la microtomographie par rayons X est d'abord présentée ici pour montrer l'appropriation et la capacité de cette technique dans les matériaux cimentaires. L'application de la microtomographie à l'étude des matériaux cimentaires est relativement récente.

La microtomographie permet d'observer la microstructure avec une précision appropriée et sans aucune intervention. Le travail de Lu et al. (2006) montre une vision 3D de structures de béton, d'où les coupes 2D peuvent être extraites. Les coupes exposent les différents constituants de béton, d'où les granulats, les vides, la matrice et les particules de ciment non hydratées peuvent être distingués. Certaines applications sont réalisées également sur l'évolution de microstructure (Bentz et al. 2002, Helfen et al. 2004) et l'évolution de porosité (Gallucci et al. 2007) pendant l'hydratation de ciment. La distribution de l'eau dans les échantillons du mortier et son évolution peuvent être déterminées par la tomographie par rayons X dans le processus d'absorption d'eau (Van Belleghem et al. 2016) ou par l'absorptiométrie à rayons X dans les matériaux cimentaires au cours du séchage (Hu et Stroeven 2003).

La microtomographie peut être combinée avec des tests mécaniques et suivre l'évolution des fissures au cours du chargement. (Landis et Nagy 2000, Landis et Nagy 2003, Landis et al. 2006) ont étudié la microstructure, la fissuration, l'endommagement et la rupture dans les matériaux cimentaires chargés en compression. Elaqla et al. (2007) ont également mené l'analyse de l'évolution d'endommagement dans le mortier pendant le chargement de compression à l'aide de tomographie. L'essai en compression avec des éprouvettes de composites mortier-billes ont été effectués par Hauss (2012). Trtik et al. 2007 ont effectué l'essai de microtension pour observer et analyser la fissuration. Les résultats microtomographiques peuvent fournir des informations utiles à l'établissement d'une variable scalaire d'endommagement comme le nombre total de vides, leur volume et leur surface (Wang et al. 2003). Des essais mécaniques sous chargements hydrostatique et triaxial ont déjà été menés en utilisant la tomographie pour estimer les mécanismes d'endommagement du béton (Poinard et al. 2012).

D'autres applications avec la microtomographie ont été réalisées sur l'éprouvette de composites cimentaires (ciment-billes de verre) soumis à la dessiccation (Peng 2009, Szczesniak et al. 2013). Ce type de matériau sera utilisé également dans notre étude, et l'utilisation de la microtomographie devrait permettre de mesurer les caractéristiques attendues (fissuration...). Snoeck et al. (2016) ont étudié la propriété de guérison autogène des matériaux cimentaires dans différentes conditions de cure. La microtomographie est utilisée également sur l'étude de dégradation chimique des matériaux cimentaires comme l'attaque sulfatique (Stock et al. 2002), la lixiviation (Burlion et al. 2006, Rougelot et al. 2010, Wan et al. 2012). Kim et al. (2013) ont évalué des structures de pores et les fissures dans la pâte de ciment exposée à des températures élevées.

Les résultats de recherche montrent que la microtomographie est appropriée aux études d'apparition de fissuration et d'évolution de microstructure dans les matériaux cimentaires. De par ses nombreux avantages, cette technique devrait continuer à voir son champ d'applications se développer dans le futur.

## **2.2 Méthodes et outils pour l'analyse d'image**

A partir du volume reconstruit tridimensionnel, on peut extraire des informations utiles au moyen de l'outils d'analyse d'images, par exemple, identification, visualisation et quantification des réseaux de fissures, identification de la porosité. Dans notre étude, nous nous intéressons aux fissures générées au cours du séchage dans différentes conditions. De ce fait, les traitements et l'analyse des images ont pour but de mieux analyser les caractéristiques des résultats et d'en donner une comparaison quantitative. Dans cette section seront présentés certains concepts pour une compréhension générale des méthodes de traitement d'image. En effet, chaque pixel du capteur apporte une information qui correspond au flux lumineux reçu sur ce pixel. Une image est stockée sous la forme d'une matrice 2D dont chaque case a une valeur d'intensité lumineuse que l'on appelle niveau de gris. Dans le cas tridimensionnel, des données sont stockées sous la forme d'une matrice 3D des voxels (volume élémentaire). Ces matrices sont les données utilisées lors du traitement d'image. Les principaux paramètres recherchés pour la mesure sont le volume et la surface de l'espace fissuré. Cet espace fissuré est constitué d'un ensemble des voxels définis par la taille de voxel  $a$  (la résolution) à laquelle l'acquisition microtomographique est faite. Le volume correspond à l'ensemble des voxels dans la phase poreuse multiplié par le volume élémentaire d'un voxel ( $a^3$ ). La surface correspond au nombre de facettes des voxels dans la phase poreuse qui sont en contact avec la phase solide multiplié par l'aire d'une facette ( $a^2$ ). En pratique, par la suite, les évolutions de volume seront présentées par le nombre de voxel comptés et les évolutions de surface seront présentées par le nombre de pixels détectés. Il est à noter que les surfaces mesurées sont surestimées par rapport à la surface réelle car la surface est inclinée par rapport aux directions des grilles de voxels.

### **2.2.1 Filtre d'image**

Dans les acquisitions tomographiques, il existe les effets de volume partiel qui font apparaître des voxels de valeurs intermédiaires entre les deux coefficients d'atténuation réelle. Les pics de niveau de gris seront plus ou moins affaiblis et le nombre de valeurs intermédiaires vont augmenter. C'est parce que la valeur d'atténuation de chaque pixel sur l'image tomographique représente la valeur moyenne de l'ensemble de l'unité entière correspondante. Elle ne peut pas refléter exactement les valeurs réelles dans cette unité lorsque les valeurs d'atténuation ne sont pas homogènes. Il est souvent nécessaire de mettre en œuvre certains prétraitements avant l'utilisation des images. Dans notre cas, les images obtenues contiendront les matrices cimentaires avec des billes, les valeurs des niveaux de gris pour chaque phase sont distribuées dans une gamme relativement large au lieu d'une distribution concentrée, surtout pour la matrice. Il existe aussi du bruit dispersé dans chaque phase. Lorsqu'on utilise la méthode de seuillage pour extraire des informations utiles, il est plus difficile d'opérer directement sur l'image originale. Les caractéristiques de l'image peuvent être modifiées par l'application des filtres en vue d'un traitement des données.

Le filtre médian est une technique de filtrage numérique non linéaire. Il est souvent utilisé pour éliminer le bruit impulsionnel (pixels de type « sel et poivre » qui sont répartis au hasard dans l'image) et éliminer les composantes de petites dimensions. La valeur de niveau de gris de chaque pixel dans l'image est remplacée par la valeur médiane dans son voisinage 3\*3 (Fig 2.8). La médiane est le point milieu de l'ensemble de valeurs. Pour la déterminer, on peut seulement ordonner les valeurs en une liste croissante et choisir la valeur qui est au centre de cette liste. Dans le cas de tridimensionnel, on applique le filtre médian sur chaque voxel dans son voisinage 3\*3\*3. Ce traitement permet d'éliminer efficacement les voxels parasites et de minimiser les variations sur la mesure de surface (Haus 2012).

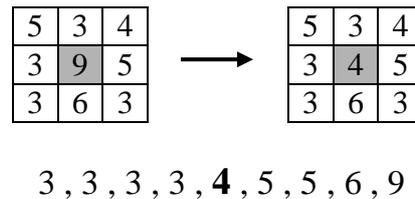


Fig 2.8 Illustration de l'application du filtre médian (2D)

Le filtre de diffusion anisotrope est une technique visant à réduire le bruit d'image sans enlever des parties importantes du contenu de l'image qui sont utiles pour l'interprétation de l'image. Pour appliquer ce filtre, deux paramètres sont nécessaires : le seuil de diffusion et le nombre d'itérations. Le seuil de diffusion est l'écart maximum entre deux pixels voisins pour lequel la diffusion a lieu. Grâce à ce seuil, la diffusion est réalisée de manière à uniformiser les voxels appartenant à la même phase de matériau tout en préservant les frontières entre les différentes phases. Ce traitement réduit la largeur des pics et diminue le nombre de valeurs intermédiaires dans l'histogramme. Les mesures de surface et de volume peuvent être moins sensibles aux valeurs de seuil choisies après ces traitements (Haus 2012). La Fig 2.9 montre le changement entre une image originale et les images filtrées. Ces images tomographiques sont les observations de notre travail pour le composite ciment-billes de polyacétal (qui sera présenté plus en détail dans la suite). Quand on effectue une segmentation d'image par le seuillage direct sur l'image originale (Fig 2.9(a)), la présence des bruits impulsionnels peut exister et affecter la mesure de surface. L'application du filtre médian (Fig 2.9(b)) permet d'éliminer en grande partie ces bruits et d'affiner les pics dans l'histogramme (Fig 2.9(d)). L'application du filtre de diffusion anisotrope (Fig 2.9(c)) permet de mieux uniformiser les niveaux de gris dans une phase de matériau. Le changement des niveaux de gris des pixels pour les fissures dans la Fig 2.9(c) est déterminé par le seuil de diffusion choisi selon notre besoin du traitement d'image. Cette application permet d'affiner plus les pics dans l'histogramme (Fig 2.9(d)).

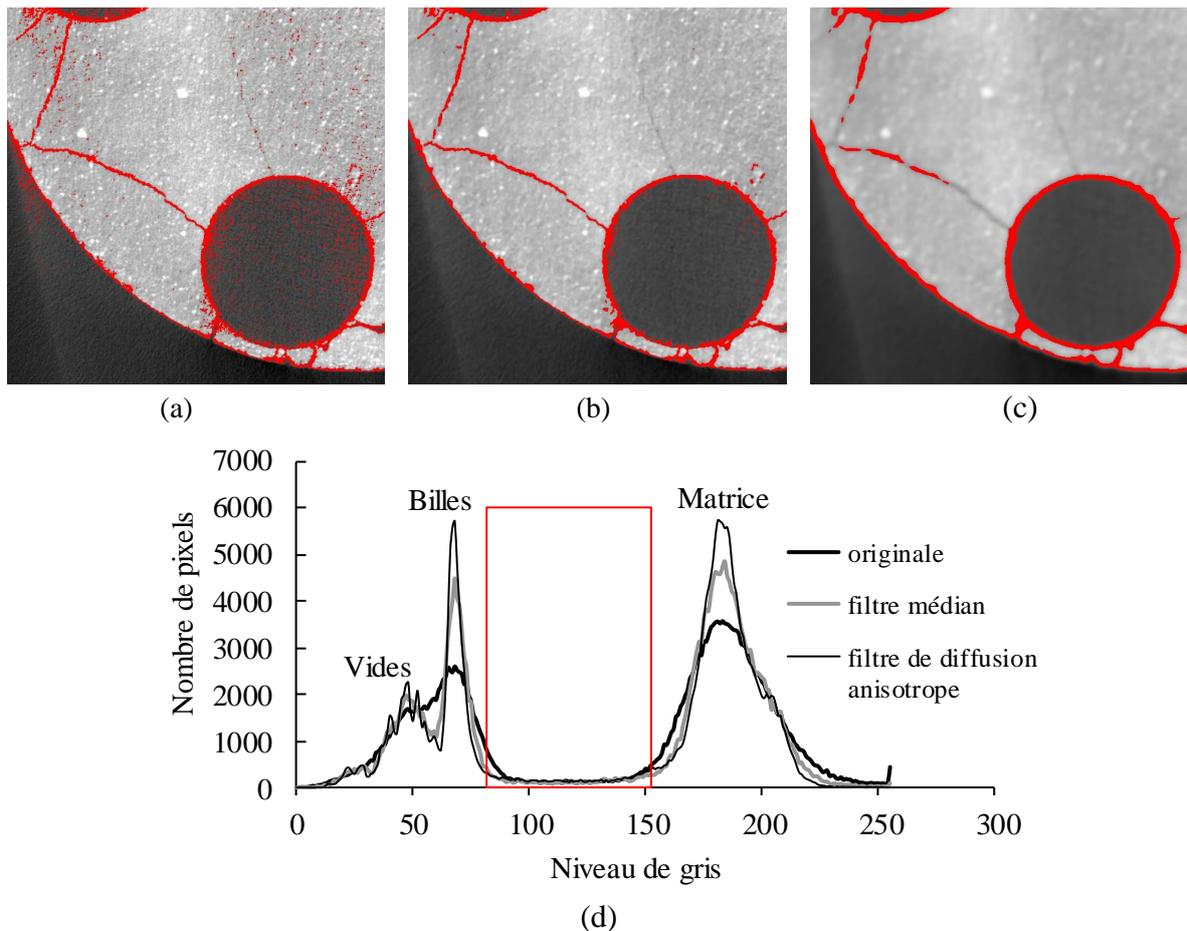


Fig 2.9 Comparaison entre l'image originale et l'image en appliquant le filtre : (a) Seuillage sur l'image originale ; (b) Seuillage sur l'image après le filtre médian ; (c) Seuillage sur l'image après le filtre de diffusion anisotrope ; (d) Changement de l'histogramme

### 2.2.2 Recalage d'histogramme

Lorsqu'une éprouvette passe par deux ou plusieurs états, par exemple, tout d'abord en saturé, puis en séchage partiel, à ce moment-là, la teneur en eau et la microstructure évoluent en raison du départ de l'eau. En conséquence, les coefficients d'atténuation du matériau sont légèrement modifiés notamment par la modification de la teneur en eau. Dans l'histogramme, ce changement se manifeste sous la forme de déplacement du niveau de gris. Quand on veut extraire des informations par la méthode de seuillage et les comparer, il faut bien choisir le seuil pour toutes les conditions. De ce fait, le recalage d'histogramme permet de faire la séparation des informations avec les mêmes seuils. La Fig 2.10 présente ce changement et le recalage entre deux états à partir de nos résultats tomographique pour le composite ciment-billes de polyacétal. Le recalage se fait par une transformation en contrôlant par deux paramètres, un paramètre d'extension et un paramètre de décalage.

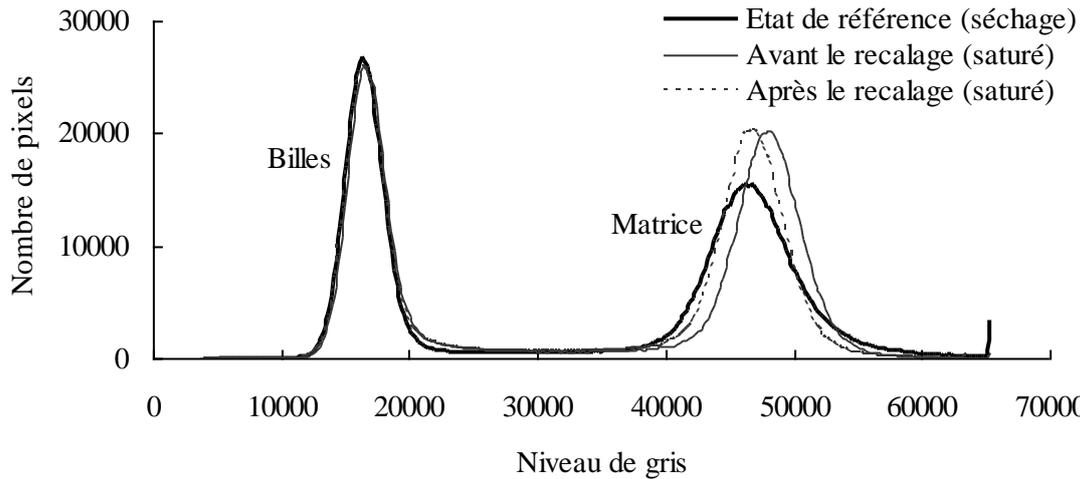


Fig 2.10 Illustration pour le recalage d'histogramme du composite ciment-billes de polyacétal

### 2.2.3 Recalage d'images

En traitement d'image, le recalage est une technique qui consiste en la « mise en correspondance d'images », par exemple issues d'une même éprouvette mais à différents états de séchage. Ceci permettra de pouvoir comparer ou combiner leurs informations respectives et suivre l'évolution de la microstructure (apparition de fissures...). Cette mise en correspondance se fait par la recherche d'une transformation géométrique permettant de passer d'une image à une autre. La transformation trouvée permet de minimiser l'écart entre deux images après la transformation. Selon les attributs des images, il y a deux approches pour réaliser le recalage : les méthodes géométriques et les méthodes denses (Noblet 2006). Les premières sont basées sur des primitives géométriques de l'image (points, courbes, surface ou volume) et les secondes sont basées sur les informations des niveaux de gris de l'image. Cette technique a une relation très étroite avec la corrélation d'image, ils reposent sur le même principe.

Dans notre étude, on va comparer les coupes dans différents états de séchage. A chaque acquisition, l'échantillon n'est pas placé dans la même position, il y a notamment un angle de rotation. Par ailleurs, en raison de la géométrie de l'échantillon, le placement de l'échantillon n'est pas absolument vertical, un petit décalage horizontal peut exister. En particulier, lorsque l'échantillon est composé de plusieurs parties (échantillon « cassé »), il y a des déplacements entre deux des morceaux de l'échantillon, il est impossible d'assurer un placement strictement identique de l'éprouvette pour les différentes acquisitions tomographiques qu'elle subit, donc la présentation des coupes peut avoir une différence dans son positionnement à chaque acquisition. Ces différences de position ont des influences sur l'analyse qualitative directement dans une tranche. Cependant, si on réalise l'analyse quantitative sur un volume au lieu d'une tranche, le recalage de position n'est pas toujours obligatoire car le résultat est une information « moyenne » sur tout l'échantillon. Dans notre cas, un recalage est réalisé sur les images reconstruites. Ce recalage permet de pouvoir comparer directement des tranches virtuelles des échantillons à différents stades de séchage et fissuration. Pour le recalage, on fait correspondre les deux volumes par transformation rigide en se basant sur les caractéristiques géométriques, par exemple, les positions des billes ou de la matrice (Fig 2.11).

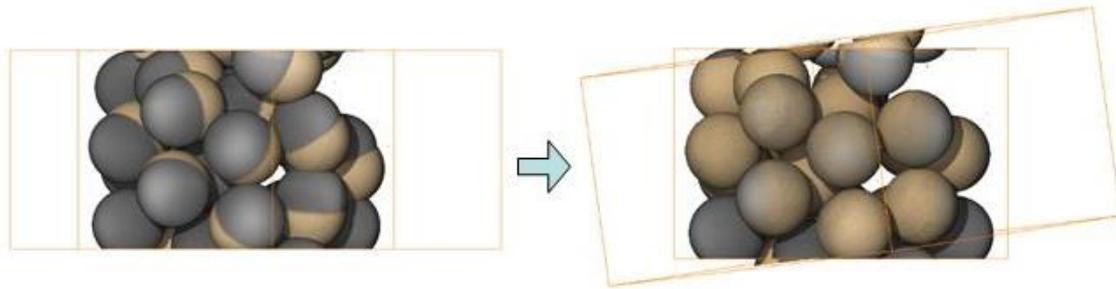


Fig 2.11 Illustration pour recalage d'images en se basant sur les positions des billes dans deux sous-volumes

## 2.3 Protocoles expérimentaux

### 2.3.1 Choix des matériaux testés

Pour mieux étudier l'effet du séchage ainsi que les caractéristiques de fissuration, il est intéressant d'étudier les matériaux composés de seulement quelques constituants du béton ou les matériaux qui ont une structure simplifiée, permettant de mieux mettre en évidence les différents mécanismes aboutissant à cette fissuration. Plus précisément, afin d'observer l'effet structurel à cause du gradient hydrique et l'effet local dû à la restriction des granulats, des échantillons avec granulats et sans granulats sont pris en compte. De ce fait, trois catégories d'éprouvettes sont préparées : une éprouvette constituée seulement de pâte de ciment (éprouvette notée C05) ; une éprouvette constituée la pâte de ciment avec granulats de sable de diamètre compris entre 0 et 2mm (éprouvette de mortier M05) ; différentes composites ciment-billes pour essayer de bien mettre en évidence le rôle des différents granulats. En particulier, deux aspects importants sur les propriétés des granulats sont considérés.

Pour étudier l'influence de module d'Young des inclusions sur la fissuration, cinq types de billes sont choisies ayant différents modules. Ce sont des billes de Zircon ( $ZrO_2$ ) (200GPa), des billes de Titane (112GPa), des billes de verre (68GPa) et des billes de polymère (polyamide (2GPa) et polyacétal (3GPa)) respectivement. Les valeurs des modules sont les données du fournisseur des billes et n'ont pas été directement mesurées. Ces matériaux ont été sélectionnés afin d'être compatibles avec l'étude microtomographique : leur atténuation n'est pas trop différente par rapport à la matrice cimentaire et cela peut limiter (mais pas totalement éviter, surtout pour la Zircon) la perte de précision de l'image à l'interface matrice-inclusion, tout en permettant de distinguer les 2 phases (matrice et billes). Ces matériaux devraient également peu réagir chimiquement avec la matrice cimentaire, devant a priori conduire à des résultats exploitables. L'idée initiale était de tester 3 matériaux pour les billes avec un module d'Young sensiblement identique à celui de granulats courants (verre), bien plus faible (polymères) et plus élevé (Titane et Zircon). Les résultats des études précédentes sur les billes de verre montraient que ce composite ciment-verre fournirait des données utilisables. Pour les autres matériaux, cela n'était pas certain et il a été proposé de choisir 2 matériaux pour chacun des cas (module d'Young plus faible et plus élevé que celui du verre) par prudence.

En outre, deux conditions pour l'état de surface des billes sont considérées, qui sont surface « lisse » et surface « rugueuse » (rendue rugueuse par abrasion). Pour ce faire, une partie des échantillons sont fabriqués avec des billes en situation naturelle (« lisse ») et une autre partie

des billes est traitée au papier de verre pour les dépolir (« rugueuses »). Le papier de verre utilisé est un papier abrasif en carbure de silicium. Il est nommé G180 (le chiffre correspond aux nombres de grains par unité de surface  $\text{cm}^2$ ) selon la nomenclature de l'ISO. La taille moyenne des grains de ce papier est donc  $82 \mu\text{m}$ .

Ces billes (Fig 2.12) de différents modules de rigidité (différents matériaux) et avec différents états de surface sont mélangés avec la pâte de ciment pour fabriquer des échantillons. Afin d'assurer la réalisation d'une éprouvette représentative du matériau, la dimension minimale généralement admise à respecter est de 3 à 5 fois le diamètre du plus gros granulat. Le choix de la taille des échantillons doit également s'adapter à l'analyse microtomographique et assurer une précision raisonnable (a priori de quelques micromètres). Dans cette étude, les différents échantillons ont été confectionnés (Fig 2.13), les caractéristiques de base de ces échantillons sont données dans le Tableau 2.1.

Les composites sont constitués de pâte de ciment et de 40% en volume de billes. Le diamètre des billes utilisées est de 2 mm pour être comparables à des études précédentes menées avec ce type de diamètre et pour également être représentatives de la taille des grains de sable dans un mortier normalisé. Ce type de composites permet d'étudier un matériau simplifié où les granulats ont une forme parfaitement sphérique et monodisperses (Bisschop et Van Mier 2002). Pour des raisons de commodité, ces échantillons avec billes sont identifiés dans la suite en fonction du matériau et de la rigidité de bille (Ti-112 pour Titane, Zr-200 pour Zircone, Ver-68 pour verre, Pam-2 pour polyamide, Pom-3 pour polyacétal) et la rugosité de surface (-R pour rugueuse, -L pour lisse).

Les échantillons C05 et M05 sont confectionnés par carottage et tronçonnage depuis des échantillons plus volumineux (cylindriques de diamètre 36 mm et de hauteur 72 mm) conservés au moins 28 jours dans l'eau saturée en chaux à  $20^\circ\text{C}$ , afin d'assurer que le matériau soit suffisamment mature. Le sable utilisé pour le mortier est un sable normalisé de Leucate (France) conformément à la norme EN 196-1 et ce choix peut servir de base de comparaison avec d'autres travaux effectués sur le même matériau. Le diamètre des plus gros grains de ce sable est de 2 mm. Le carottage est effectué à l'aide d'un tube carottier en présence d'eau pour éviter d'endommager le matériau en surface. Après le tronçonnage par une scie à fil diamanté, la partie centrale de l'éprouvette est conservée pour obtenir un état des surfaces extrêmes les plus parallèles entre elles et lisses possibles.

Les échantillons avec billes sont confectionnés dans un moule de diamètre 8 mm et de hauteur 15 mm (Fig 2.13). Le ciment utilisé est un ciment au clinker CEM I 52,5 (selon la norme Européenne) et le rapport E/C (eau efficace sur ciment) choisi est de 0,5. Le moule est bien nettoyé et huilé avant utilisation afin de faciliter le démoulage. Dès que les échantillons sont préparés dans le moule, ils sont conservés dans l'eau saturée en chaux à  $20^\circ\text{C}$ . Le démoulage est fait douze jours après le coulage et les échantillons sont conservés au moins un mois dans l'eau saturée en chaux à  $20^\circ\text{C}$ . Le rapport E/C 0,5 dans toutes ces éprouvettes assure une hydratation possible de tout le ciment entrant dans la composition. Les échantillons avec billes sont réalisés à température ambiante ( $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ) et à la même date. Certains des échantillons se sont rompus au cours du processus de démoulage ou après le processus de séchage, mais les états initiaux de la microstructure sont vérifiés au moyen de microtomographie et servent comme état de référence.

Tableau 2.1 Caractéristiques de base de l'échantillon

Echan- tillon	Matériau	Etat de surface des billes	Dimensions des échantillons
C05	Pâte de ciment (ciment CEM II/B 32,5, rapport E/C de 0,5)		D=19,70mm H=22,00mm
M05	Mortier (Rapport Sable/Ciment de 3, rapport E/C de 0,5)		D=19,70mm H=21,12mm
Ti-112-L	Pâte de ciment avec des billes de Titane	Normal	Diamètre (D) =8mm Hauteur (H) =15mm
Ti-112-R		Usé	
Zr-200-L	Pâte de ciment avec des billes de Zircon (ZrO <sub>2</sub> )	Normal	
Zr-200-R		Usé	
Pam-2-L	Pâte de ciment avec des billes de polyamide(Nylon)	Normal	
Pam-2-R		Usé	
Ver-68-L	Pâte de ciment avec des billes de verre	Normal	
Ver-68-R		Usé	
Pom-3-L	Pâte de ciment avec des billes de polyacétal(POM)	Normal	
Pom-3-R		Usé	

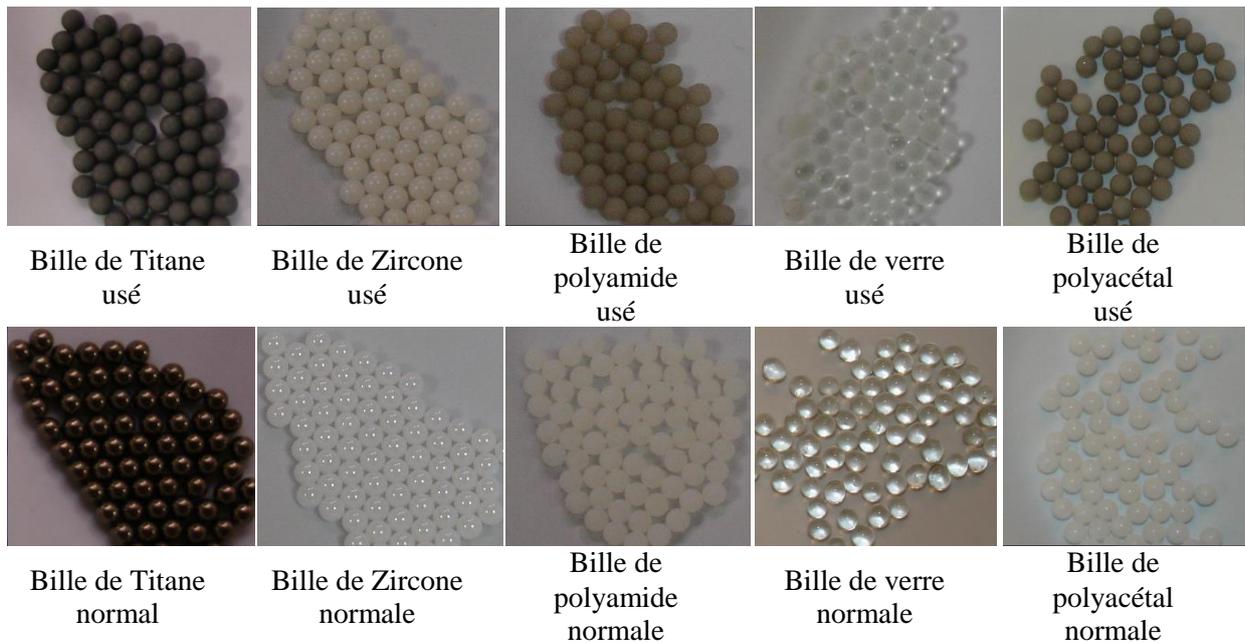


Fig 2.12 Billes utilisées pour les différents composites





Echantillons des composites après démoulage

Fig 2.13 Illustration des moules et échantillons utilisés

### 2.3.2 Processus de séchage

Afin d'étudier l'évolution des fissures induites par le séchage à différents niveaux de désaturation, deux ou plusieurs conditions de séchage doivent être sélectionnées. Si le gradient hydraulique généré lors du séchage est trop faible, l'effet du séchage sur la microstructure ne sera pas forcément aisément détectable. Lorsque la fissuration est faible, la détection de fissures fines avec le microtomographe de laboratoire utilisé (et la résolution associée) sera difficile. Il est donc proposé d'utiliser des paliers de séchage relativement intenses pour favoriser l'apparition de fissuration.

Dans cette étude, des échantillons suivent un processus de séchage en plusieurs étapes. Après chaque période de séchage, une acquisition microtomographique est réalisée. Pour échantillons C05 et M05, ils sont d'abord en condition saturée, puis soumis au séchage à 30°C, puis 60°C, 90°C, et enfin 105°C. Pour les échantillons avec billes, ils sont d'abord à l'état saturé (après maturation sous eau saturée en chaux à 20°C), puis soumis au séchage à température (T) de 20°C et sous humidité relative (HR) de 12%, puis à une température de 105°C. La température et l'humidité relative sont contrôlées au moyen d'une enceinte climatique (de marque Vötsch ou Binder®). L'état de séchage est considéré obtenu après stabilisation du poids de l'échantillon. Le critère de stabilisation a été fixé de telle manière que sur une période de 7 jours, la variation en poids soit inférieure à 0,1% pour tous les échantillons. La pesée s'effectue au moyen d'une balance de précision 0,01g.

L'évolution de la perte en poids des échantillons est représentée sur les Fig 2.14 et Fig 2.15. A cause d'une porosité élevée, l'échantillon C05 contient plus d'humidité que M05, par conséquent, sa perte en poids est plus grande. La carbonatation des matériaux cimentaires peut engendrer des modifications (Houst 1996). En effet, La carbonatation provoque une lente augmentation de la masse de petits échantillons de faible épaisseur au cours du temps. Cependant, une humidité fixée à 12% (dans la première étape de séchage) pour les échantillons de composites empêche une cinétique importante de cette carbonatation (maximale autour de 65% de HR (Verbeck 1958)), qui sera négligeable. Aucune reprise de masse dans le temps sur ces échantillons n'est observée, tendant à prouver le caractère négligeable de cette carbonatation dans nos essais. Les différents pourcentages des pertes en poids pour chaque type de l'échantillon dans la Fig 2.15 sont principalement à cause des différentes densités du matériau pour les billes mais les tendances entre elles sont similaires. En outre, les éprouvettes avec des billes lisses ne perdent pas toujours plus de poids que celles rugueuse donc il n'y a pas d'effet lié au type de surface. Par conséquent, le type de séchage est similaire entre les deux types de surface de billes.

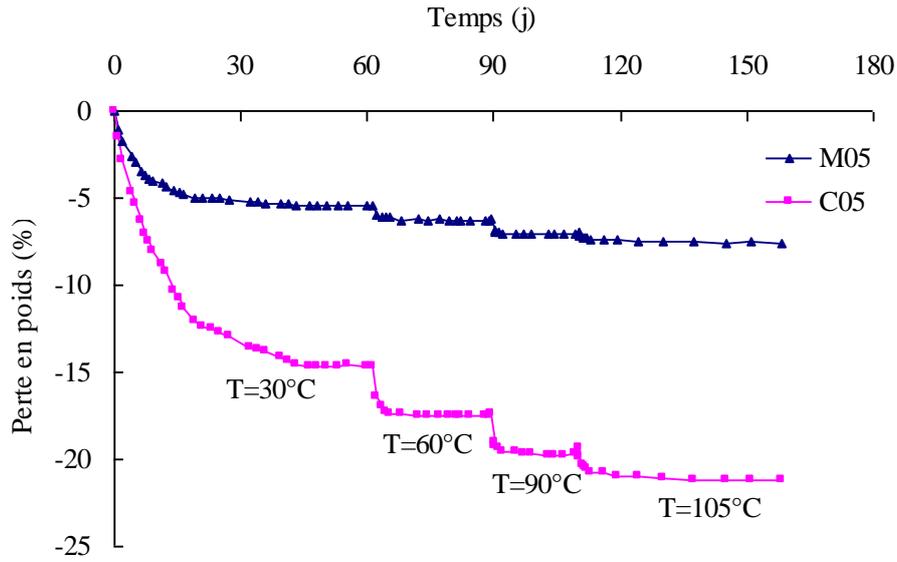


Fig 2.14 Evolution de la perte en poids en fonction du temps de séchage pour M05 et C05

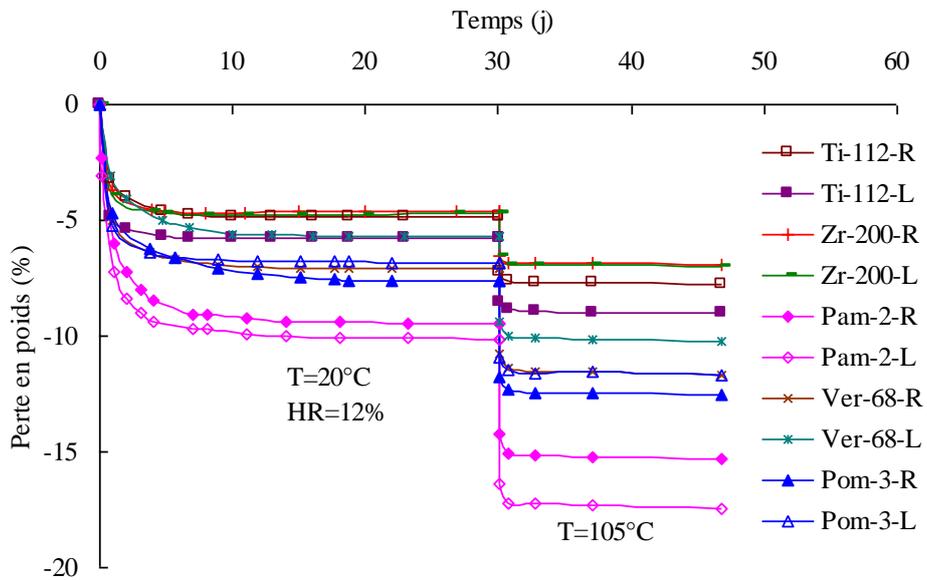


Fig 2.15 Evolution de la perte en poids en fonction du temps de séchage pour les échantillons avec billes

La porosité de l'échantillon ( $\phi$ ) pour C05 et M05 (Eq. 2.10) ainsi que la porosité de la matrice pour les échantillons avec billes (Eq. 2.11) peut être calculé comme suit :

$$\phi = \frac{V_{pore}}{V_{échantillon}} = \frac{(m_{saturé} - m_{sec}) / \rho_{eau}}{V_{échantillon}} \quad (2.10)$$

$$\phi = \frac{V_{pore}}{V_{matrice}} = \frac{(m_{saturé} - m_{sec}) / \rho_{eau}}{V_{échantillon} \cdot 60\%} \quad (2.11)$$

Où  $m_{saturé}$  est la masse de l'échantillon saturé,  $m_{sec}$  est la masse de l'échantillon sèche,  $\rho_{eau}$  est la masse volumique de l'eau,  $V_{pore}$  est le volume de pores accessible de l'échantillon,  $V_{échantillon}$  est le volume de l'échantillon. Les poids des éprouvettes saturées et sèches ainsi que les porosités calculées sont récapitulées dans le Tableau 2.2. Les valeurs de porosité pour la matrice des échantillons avec un même matériau pour les billes varient légèrement : les échantillons sont relativement petits ainsi, même une petite erreur lors de la fabrication (une bille en plus ou en moins dans la composition, ...) ou certains défauts de mise en place peuvent avoir influence sur les masses mesurées. Ainsi la perte d'un tout petit morceau de matrice cimentaire lors du démoulage peut augmenter la fraction volumique de billes et modifier la porosité calculée.

Tableau 2.2 Les poids et les porosités des éprouvettes

	$m_{saturé}$ (g)	$m_{sec}$ (g)	$\phi$		$m_{saturé}$ (g)	$m_{sec}$ (g)	$\phi$
C05	12,71	10,01	40,26%	M05	14,34	13,25	16,93%
Ti-112-R	2,1829	2,0133	37,49%	Pam-2-L	1,1867	0,9965	42,04%
Ti-112-L	2,1134	1,9240	41,48%	Ver-68-R	1,5031	1,3276	38,79%
Zr-200-R	2,6503	2,4677	40,36%	Ver-68-L	1,5393	1,3815	34,88%
Zr-200-L	2,5492	2,3714	39,30%	Pom-3-R	1,2599	1,1015	35,01%
Pam-2-R	1,2301	1,0414	41,71%	Pom-3-L	1,2216	1,0787	31,59%

### 2.3.3 Acquisition microtomographique

L'acquisition des données de microtomographie a été réalisée en source de laboratoire (filament de Tungstène) avec la tension d'accélération d'électron de 80 kV pour tous les échantillons sauf les composites de Titane (110kV) et Zircon (120kV) plus absorbants aux rayons X (une élévation de la tension d'accélération est nécessaire pour obtenir une image pouvant être analysée). Pour diminuer la perturbation du signal par durcissement de faisceau, un filtre métallique en aluminium d'épaisseur 1 mm est utilisé (il est disposé au niveau de la fenêtre de sortie du générateur de rayons X).

Le détecteur utilisé est un détecteur plat Varian-(c) (flat panel) et il est constitué de 1920\*1536 pixels. La Fig 2.16 montre l'équipement microtomographique utilisé dans cette étude (plateforme d'imagerie ISIS4D). Les informations sur les paramètres d'acquisition pour les différents échantillons sont données dans le Tableau 2.3.

L'acquisition hélicoïdale permet de scanner toute la hauteur des échantillons testés et l'acquisition se fait en mode « scanning continuous » (rotation continue) permettant de réduire le temps d'acquisition des images sans impact notable sur la qualité des images obtenues. Le mode « images de référence » permet d'obtenir une corrélation pour déduire le mouvement entre les deux radiographies (radiographie de référence et radiographie d'acquisition à la même position angulaire), de sorte que l'on puisse effectuer une correction si l'éprouvette a « bougé » relativement à la source et au détecteur pendant l'acquisition.

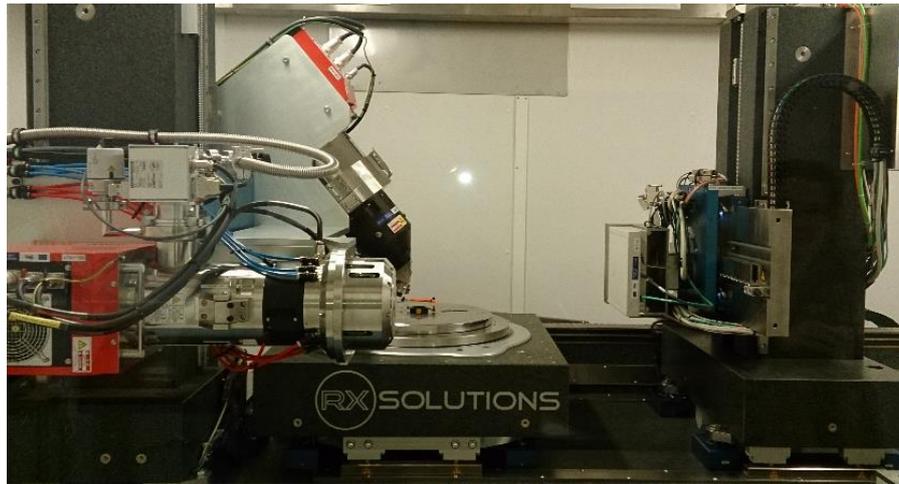


Fig 2.16 Microtomographie de laboratoire utilisé (plateforme d'imagerie par rayons X ISIS4D)

Tableau 2.3 Informations sur les les paramètres d'acquisitions des échantillons

Echantillon	Nombre d'images	Voxel size (µm)	Mode d'acquisition	Temps d'acquisition (minutes)
C05	2880	12	Hélicoïdal+ Images de référence	72
M05	2880	12	Hélicoïdal+ Images de référence	72
Ti-112-R	4320	7,04	Hélicoïdal+Continuous+ Images de référence	97
Ti-112-L	4320	7,04	Hélicoïdal+Continuous+ Images de référence	97
Zr-200-R	-	-	-	-
Zr-200-L	4320	6,9	Hélicoïdal+Continuous+ Images de référence	114
Pam-2-R	4320	6,8	Hélicoïdal+Continuous+ Images de référence	97
Pam-2-L	4320	6,8	Hélicoïdal+Continuous+ Images de référence	97
Ver-68-R	4320	6,8	Hélicoïdal+Continuous+ Images de référence	97
Ver-68-L	4320	6,8	Hélicoïdal+Continuous+ Images de référence	97
Pom-3-R	4320	6,8	Hélicoïdal+Continuous+ Images de référence	97
Pom-3-L	4320	6,8	Hélicoïdal+Continuous+Images de référence	97

### 2.3.4 Procédure de traitement d'images

Dans notre étude, une série d'acquisitions a été réalisée pour différents états de séchage où une évolution de la dégradation du matériau est observable. L'objectif est essentiellement de pouvoir caractériser la fissuration dans nos échantillons, et son évolution aux différents stades de séchage. Les images issues d'acquisitions tomographiques en laboratoire peuvent présenter des bruits, donc certains traitements sont nécessaires pour éliminer les artefacts comme évoqué précédemment. La Fig 2.17 schématise la procédure de traitement utilisée pour l'identification du réseau de fissure. La procédure choisie est basée sur des méthodes classiques de traitement d'image microtomographiques, l'objectif est d'éliminer les défauts et bruits, de sorte que l'on puisse en extraire les informations utiles.

Pour réduire les influences de durcissement de faisceau, un filtre métallique en aluminium d'épaisseur 1 mm est utilisé, et une correction par courbe polynomiale est effectuée avant la reconstruction (pour corriger le durcissement de faisceau qui persisterait même en utilisant le filtre aluminium). Pour le recalage d'histogramme, l'état de séchage à 105°C est choisi comme état de référence. Un filtre médian 3\*3\*3 est appliqué sur toutes les données et un filtre de diffusion anisotrope est appliqué seulement sur les échantillons avec billes de Titane pour lesquels le seuillage direct s'avère plus difficile à cause du fort coefficient d'atténuation du matériau. Le seuil de diffusion et le nombre d'itérations sont respectivement choisis à 10000 et 20. Le seuil choisi pour séparer l'espace fissuré sera explicité en détail dans la partie des résultats expérimentaux.

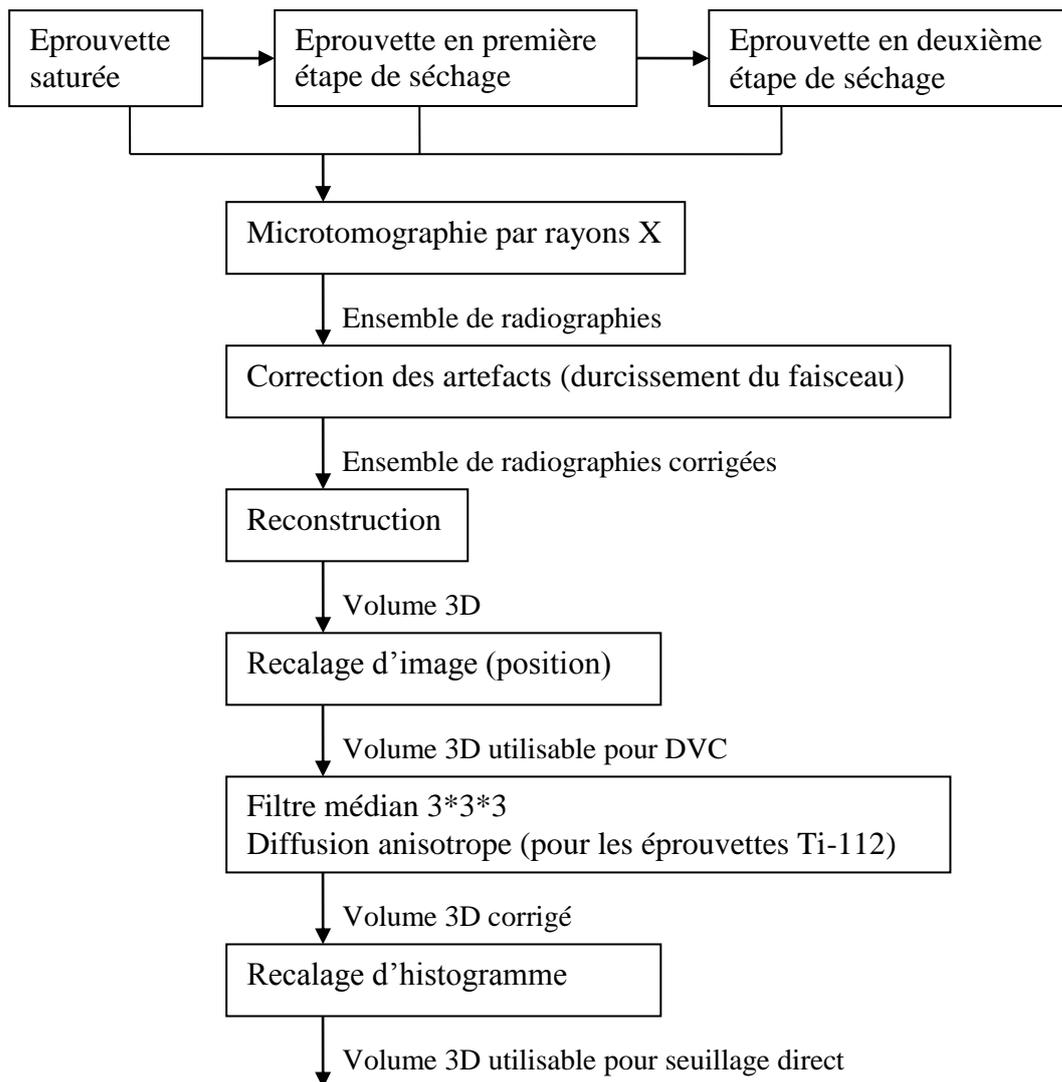


Fig 2.17 La procédure de traitement effectuée

Il y a plusieurs phases dans nos échantillons : les billes, la matrice, les fissures, les « grandes » porosités (généralement des bulles d'air). De plus, les composites sont constitués avec différentes natures de billes. En conséquence, les histogrammes de niveau de gris varient selon les échantillons. La valeur de niveau de gris pour les fissures est dans une gamme qui varie selon la largeur de fissure, donc elle peut être un peu superposée avec la valeur du fond,

de la bille, de la matrice, et en particulier, de la valeur intermédiaire à cette interface entre les 2 constituants. Des procédures spécifiques pour séparer l'espace fissuré seront présentées en détail dans la section suivante. Lorsqu'on sépare des informations par seuillage, le choix des valeurs peuvent être assez complexe et délicat : les critères sélectionnés pour le choix de ces valeurs seront définis afin d'assurer une comparaison possible entre les différents résultats issus des différents échantillons.

## **2.4 Résultats expérimentaux**

### **2.4.1 Observation pour les éprouvettes C05 et M05**

Après la reconstruction, une image tridimensionnelle de l'éprouvette est obtenue. Ainsi, des coupes au sein de cette image peuvent être effectuées à n'importe quel endroit de l'éprouvette (Fig 2.18). Pour une présentation simple des résultats et une simulation numérique adaptée, les coupes réalisées sont perpendiculaires à l'axe de révolution de l'échantillon (comme le processus de séchage est principalement radial). La Fig 2.19 présente les coupes effectuées au sein de la reconstruction à différentes étapes de séchage pour la même position des éprouvettes C05 et M05. Les divers constituants peuvent être distingués visuellement par la différence de niveau de gris induit par leurs différents coefficients d'absorption des rayons X. Plus le pixel est clair sur la figure, plus son coefficient d'absorption est grand, traduisant une grande densité du matériau. Ainsi, les grains de ciment anhydre apparaissent sous formes de tâches très blanches, les bulles d'air apparaissent sous formes de cercles noirs (niveau de gris proche de l'air ambiant) et des cristaux de portlandite en leur sein sont parfois présents.

Grâce au recalage d'images, il est possible de suivre l'évolution de la microstructure d'une éprouvette au cours du séchage et de comparer des reconstructions localisées au même endroit dans cette éprouvette. A l'échelle d'observation (résolution : 12  $\mu\text{m}$ ), aucune fissure n'est visible sur l'éprouvettes C05 en saturé et après séchage à 30 degrés. Des fissures de dimensions plus faibles que la résolution utilisée (12  $\mu\text{m}$ ) peuvent cependant exister. A partir du séchage à 60 degrés jusqu'au séchage à 105 degrés, les fissures apparaissent et s'ouvrent et se propagent lentement. Elles sont visibles à la périphérie de l'éprouvette, orientées radialement. Ces fissures essentiellement dues à l'effet de structure (traction orthoradiale en périphérie générée par le retrait empêché autour du cœur de l'échantillon) ont une largeur fine (nombre de pixels moyen est d'environ 2) et le nombre de fissures détecté n'est pas élevé (1 à 3 fissures). Sur l'éprouvette M05, aucune fissure n'est visible pendant le processus de séchage dans son ensemble à cette échelle. L'effet local peut avoir influencé la fissuration dû à la présence des grains de sable, mais cet effet peut engendrer des contraintes d'un niveau relativement faible n'engendrant pas de fissuration. Les inclusions sont autant de points de nucléation de la fissuration pouvant expliquer la non localisation d'une mésolfissure (comme dans le cas de la pâte de ciment) mais plutôt la possibilité d'apparition d'une multitude de fissures autour de ces points « rigides ». En outre, le potentiel de retrait dépendant uniquement de la quantité de matrice cimentaire, il s'avère plus faible pour le M05 que dans le cas d'une pâte de ciment C05 à état de séchage donné (pouvant donc expliquer la moindre quantité de fissures observées).

La fissuration est contrôlée à la fois par le gradient hydrique (le gradient thermique est supposé négligeable ici en raison de la petite dimension de l'échantillon) et les particules fines d'agrégat. En comparant ces deux éprouvettes, on peut conclure que l'effet de structure est

plus évident dans la pâte de ciment (sans granulats) que dans le mortier (avec des granulats de petite taille). Cette conclusion est conforme aux résultats des travaux de Bisschop (2001). Mais dans son travail, les fissures superficielles dans l'éprouvette avec granulats de diamètre de 0.5mm sont visibles avec un microscope à lumière fluorescente (la résolution est d'environ 1  $\mu\text{m}$ , selon Bisschop et van Mier 1999). Dans le travail de Cohen (1990), il n'y avait aucun signe des fissures macroscopiques de retrait plastique dans l'éprouvette du mortier. Et l'examen de la surface des échantillons par microscopie optique dans son travail a révélé des caractéristiques similaires. Il y avait peu ou pas de fissures microscopiques. Les particules de sable, par conséquent, ont agi pour éviter la formation de grandes fissures macroscopiques de retrait plastique qui étaient évidentes dans les échantillons de la pâte de ciment. Ces particules servent à réduire la fissuration par des mécanismes d'arrêt de fissure et affinent la taille des pores capillaires. Dans le travail de Hwang (1984), les fissures dans l'éprouvette de la pâte de ciment sont visibles et ouvertes par l'observation de micrographies au cours de la première journée, mais fermées ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) par la suite, certaines disparaissant totalement lorsque le retrait atteint l'équilibre avec l'humidité relative donnée.

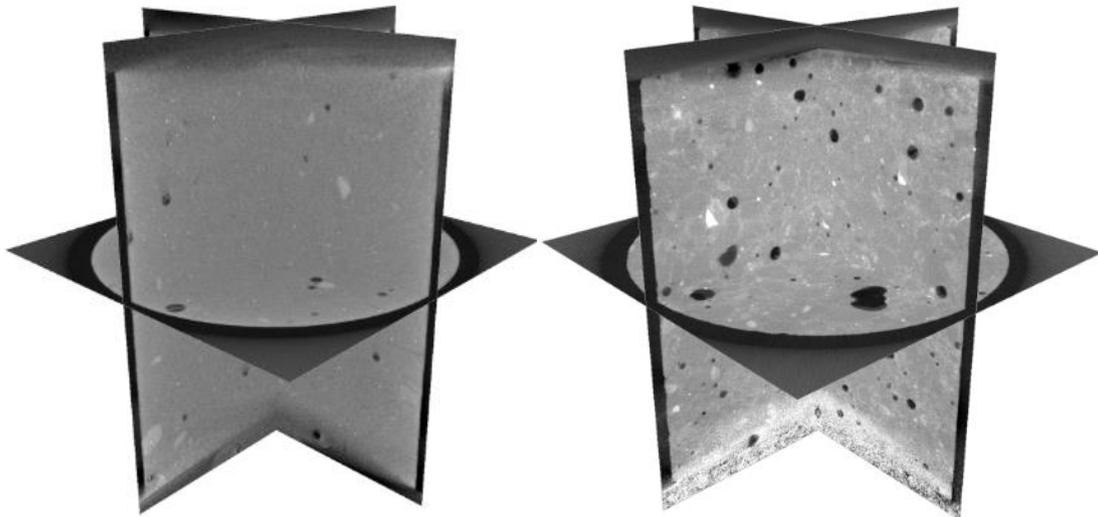
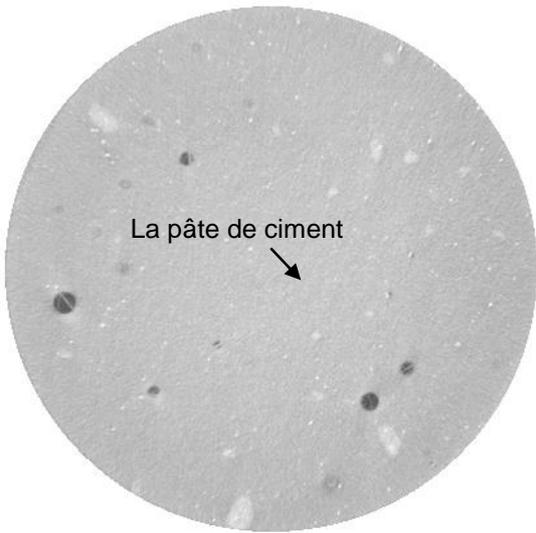
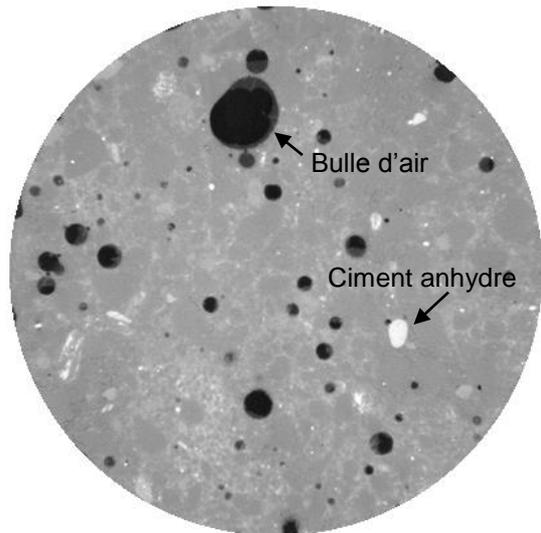


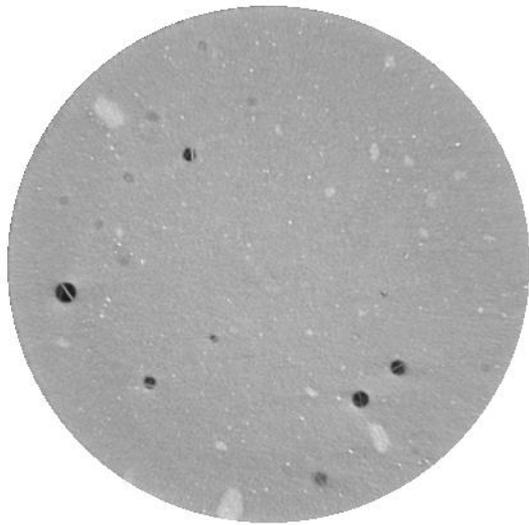
Fig 2.18 Visualisation des éprouvettes saturées C05 (à gauche) et M05 (à droite) sous microtomographie X dans une section horizontale et verticale



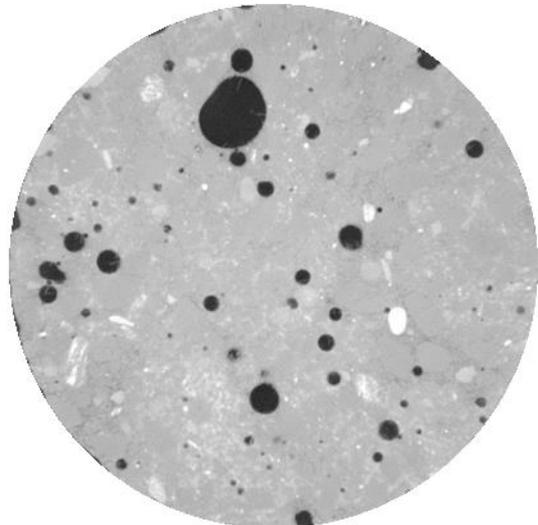
C05 (saturé)



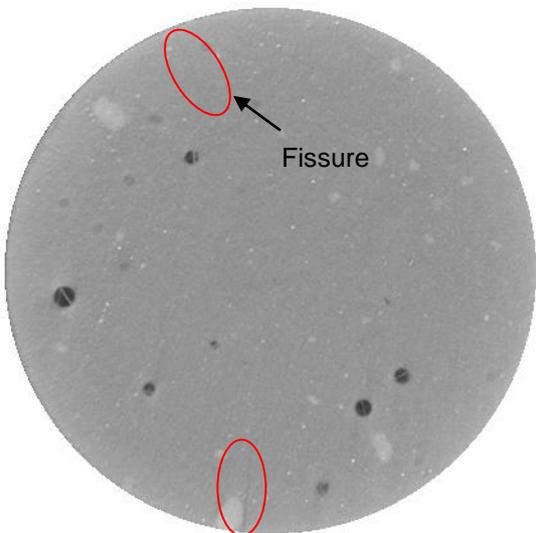
M05 (saturé)



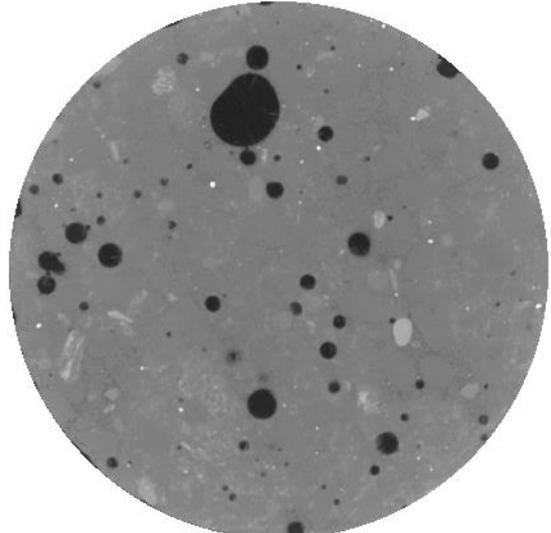
C05 (T=30°C)



M05 (T=30°C)



C05 (T=60°C)



M05 (T=60°C)

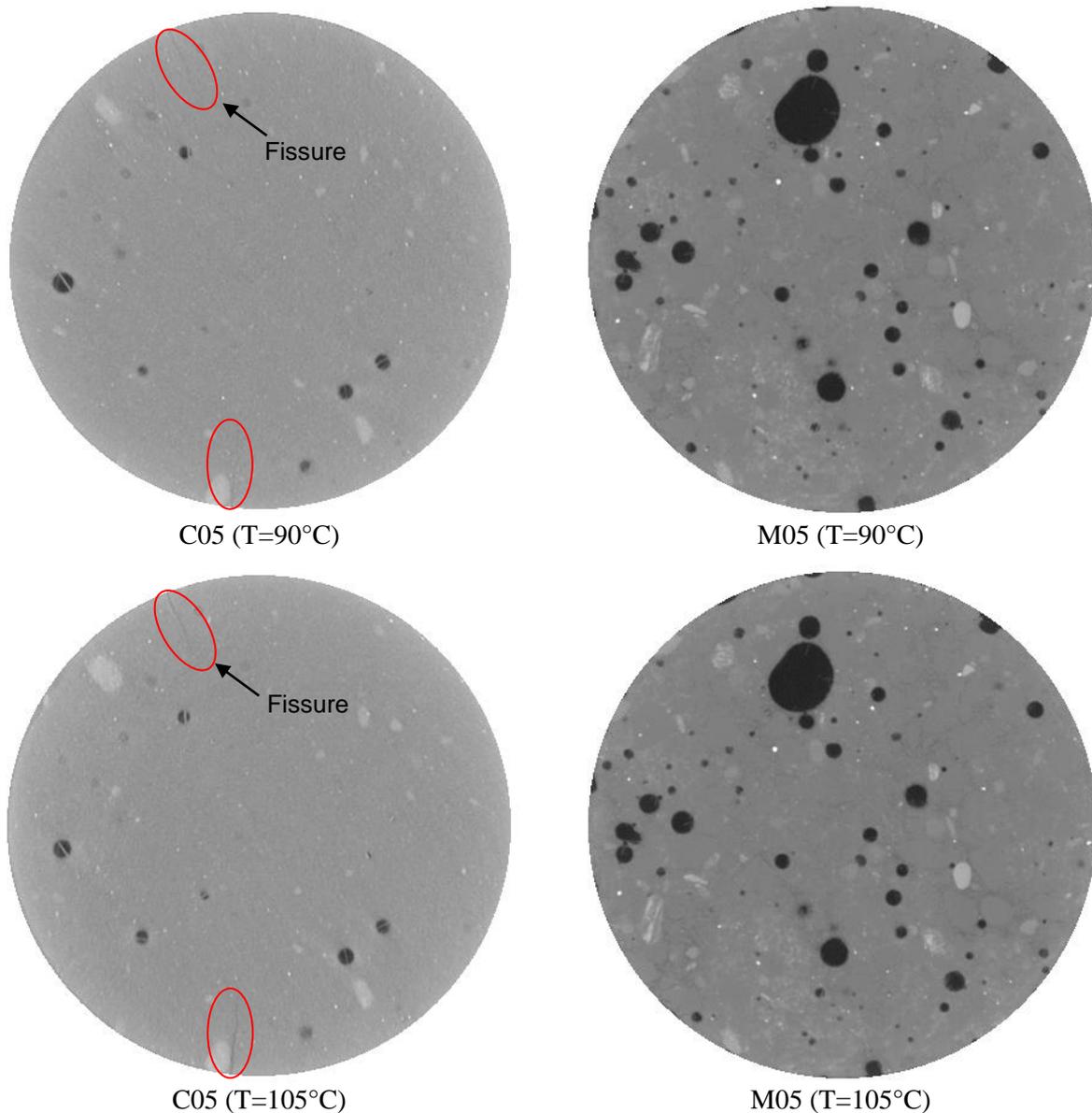


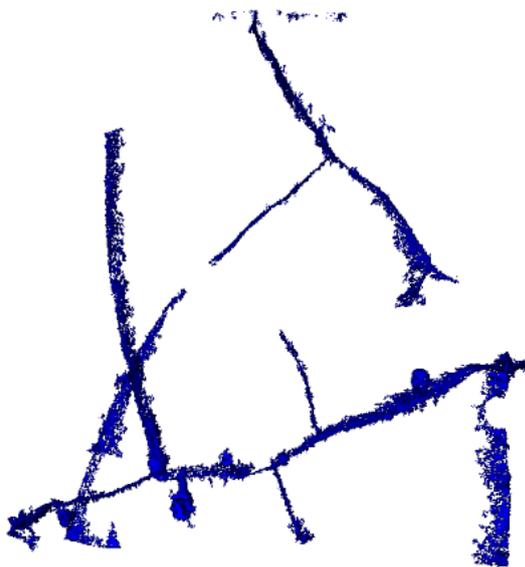
Fig 2.19 Coupes microtomographiques à différentes étapes de séchage pour C05 et M05

#### 2.4.2 Identification du réseau de fissures pour l'éprouvette C05

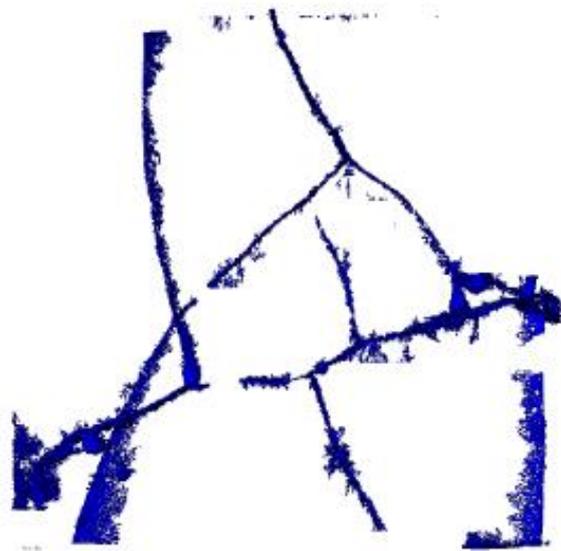
La segmentation d'images par seuillage direct est un peu difficile dans l'éprouvette de pâte de ciment en raison de la petite taille et ouverture des fissures. Les fissures sont fines et leur valeur de gris est proche de celle de la matrice. Donc on sépare les fissures une par une (sans procédure automatisée) dans chaque sous-volume avec un outil disponible dans le logiciel de traitement. Quand on sélectionne un pixel dans une fissure, d'autres pixels dans la même gamme de niveau de gris qui sont connectés à ce pixel sont sélectionnés en même temps. Ensuite, on peut ajouter un deuxième pixel dans cette fissure, la région sélectionnée croît. Ainsi, on peut segmenter une fissure entière manuellement. Le filtre médian est appliqué en premier lieu. Ensuite, les valeurs du niveau de gris dans les pixels le long du contour de l'éprouvette et du fond sont mises à zéro par l'application d'un masque. Le seuil choisi est à peu près entre 41500 et 42000 selon les situations (bruit, niveau de gris) dans le sous-volume.

L'objectif est d'extraire le maximum de fissures visibles et d'assurer un niveau de seuillage similaire.

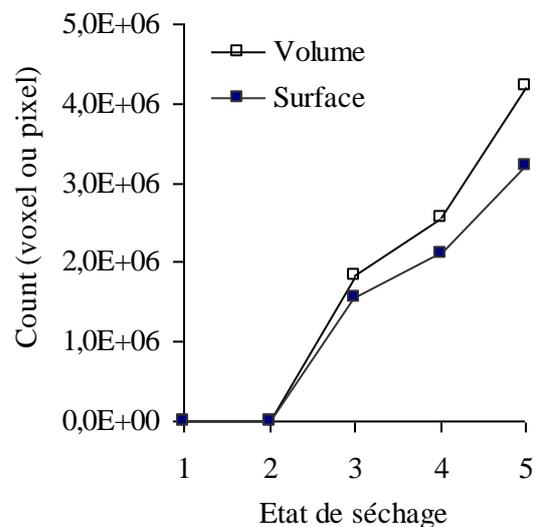
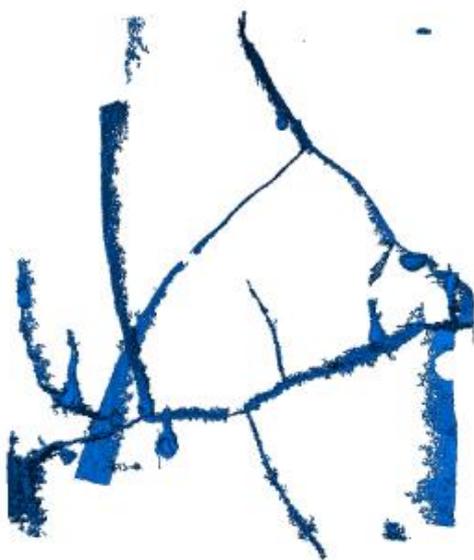
La Fig 2.20 montre le réseau de fissures pour l'éprouvette C05 dans différents états de séchage et son évolution. Les extrémités supérieure et inférieure de l'éprouvette ne sont pas prises en compte en raison d'artefacts nombreux et d'un bruit important. Toutes les fissures apparaissent à la surface de l'échantillon et sont perpendiculaires à la surface (i.e. radiales). La morphologie du réseau de fissures est formée essentiellement au début du séchage (60°C) et ne change pas beaucoup dans les étapes suivantes. Seule une petite branche apparaît dans la phase finale. Les modifications concernent principalement la profondeur des fissures et leur longueur qui augmentent progressivement. Une analyse quantitative sur le volume et la surface du réseau de fissures est donnée sur la Fig 2.20 (d) pour retracer son évolution. On constate ainsi une création notable de fissures à l'étape de séchage à 60°C (état n°3) et une poursuite de l'évolution de la surface et du volume de fissures aux étapes ultérieures.



(a) C05 (T=60°C)



(b) C05 (T=90°C)



(c) C05 (T=105°C)

(d) Evolution du volume et de la surface

Fig 2.20 Réseau de fissures pour l'éprouvette C05 et son évolution

### 2.4.3 Observation pour les éprouvettes de composites ciment-billes

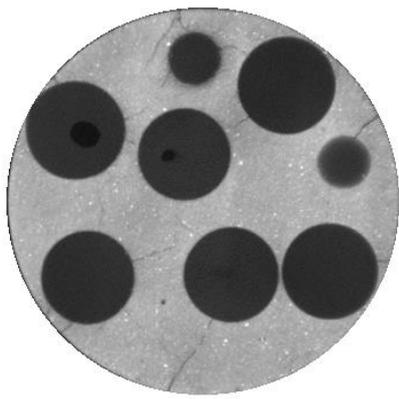
La Fig 2.21 montre des sections des échantillons ciment-billes à différentes étapes de séchage pour la même position de l'échantillon. Cette figure permet de mettre en évidence visuellement les différences de comportement entre les différents composites, selon le type de billes et leur état de surface. Une analyse plus détaillée des différentes coupes est proposées dans la suite.

Après comparaison des coupes à différents états de séchage, on peut voir un léger changement sur le niveau de gris. La matrice saturée est un peu claire que celle après le séchage et ce, pour tous les matériaux. Cela provient de la diminution de la quantité d'eau contenue dans les échantillons pendant le processus de séchage.

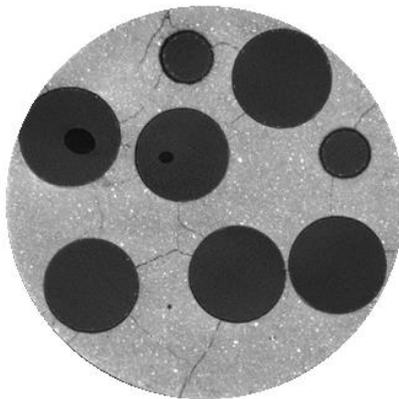
Les billes apparaissent sous forme des cercles avec le niveau de gris plus homogène que dans la pâte de ciment. Quelques petits cercles noirs à l'intérieur des billes polymères (Pam et POM) reflètent les défauts de fabrication de ces matériaux. Le coefficient d'atténuation pour les différentes billes est bien différent. Le plus faible est celui de la bille de polyacétal (POM), ensuite, la bille de polyamide (Pam), la bille de verre, puis la bille de Titane et enfin la bille de Zircon.

Il est à noter que l'acquisition microtomographique ne fonctionne pas pour les échantillons avec des billes de Zircon en raison de son fort coefficient d'atténuation. Les détails de la microstructure de la matrice ne sont pas visibles à cause de ce grand contraste d'atténuation des rayons X entre ces 2 constituants comme le met en évidence la Fig 2.22, de sorte que seule la description générale et l'observation surfacique pour ces échantillons est possible. Cet effet était attendu et explique le choix de recourir également à des billes de titane pour l'observation de l'effet d'inclusions plus rigides que celles de verre, qui sont censées représenter le comportement de granulats siliceux « courants ».

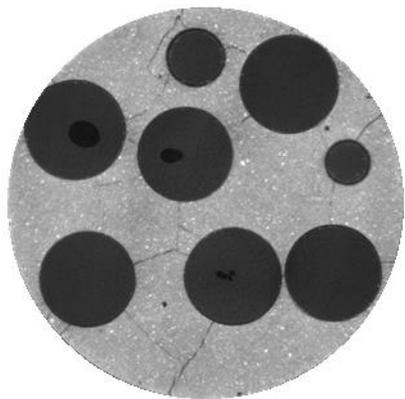
L'état de surface des billes est difficile à distinguer à partir des images microtomographiques pour les billes de Titane et des billes de verre, mais cette caractéristique peut être clairement vue sur le bord des billes de polyamide et de polyacétal. La matrice cimentaire peut être vue au bord des inclusions rugueuses (sous forme de taches blanches dispersées), qui montre le contact entre ces inclusions et la pâte de ciment (Fig 2.23). Des effets sur la morphologie de la fissuration sont donc potentiellement liés à cette différence de rugosité de surface, et seront investigués dans les paragraphes suivants.



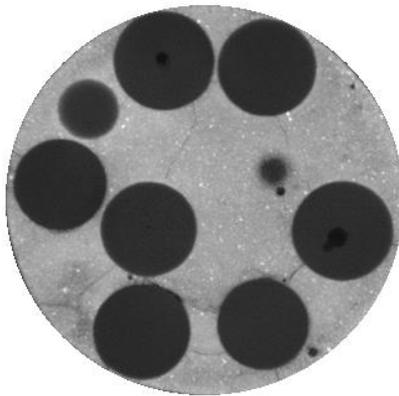
Pam-2-R (En saturé)



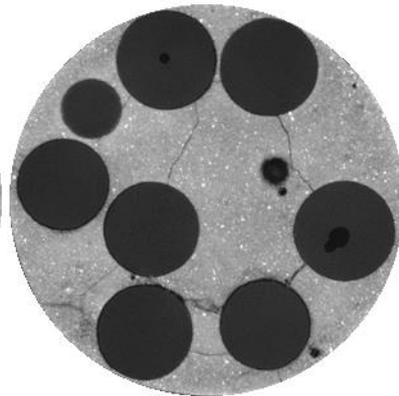
Pam-2-R (T=20°C HR=12%)



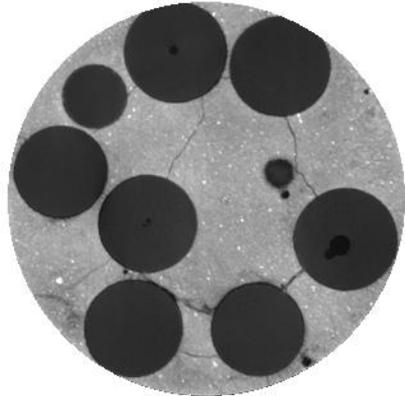
Pam-2-R (T=105°C)



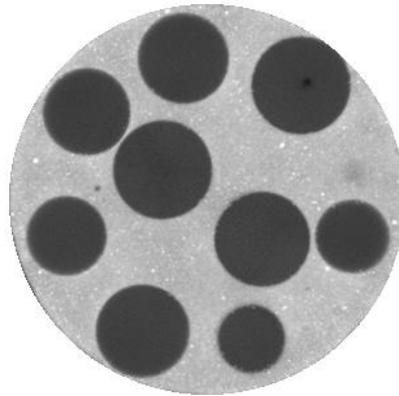
Pam-2-L (En saturé)



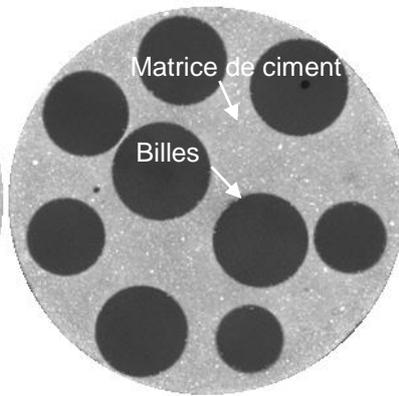
Pam-2-L (T=20°C HR=12%)



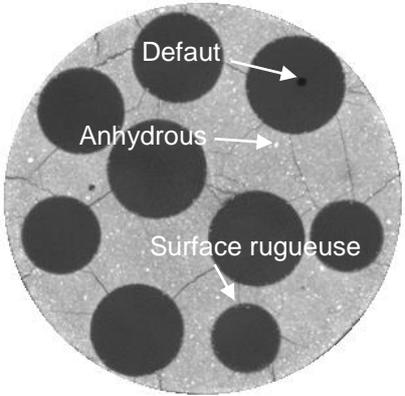
Pam-2-L (T=105°C)



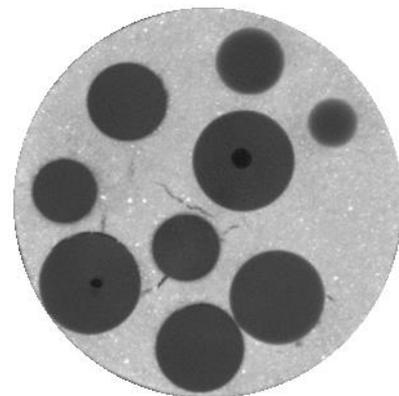
Pom-3-R (En saturé)



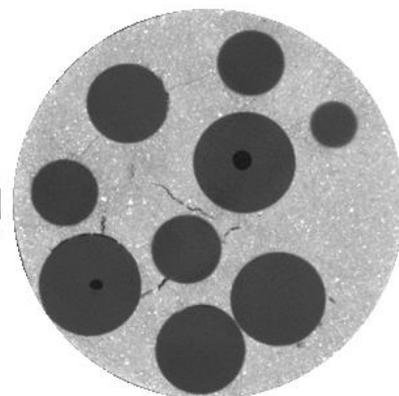
Pom-3-R (T=20°C HR=12%)



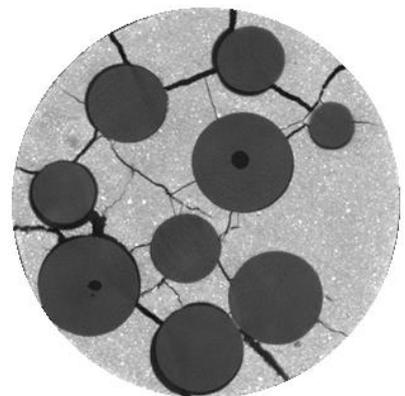
Pom-3-R (T=105°C)



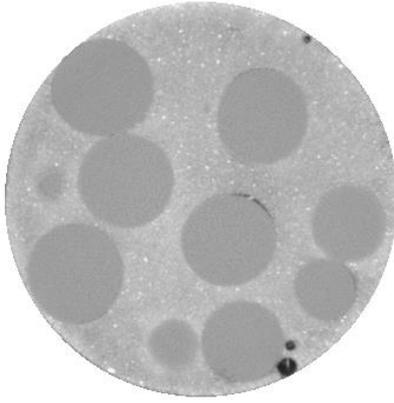
Pom-3-L (En saturé)



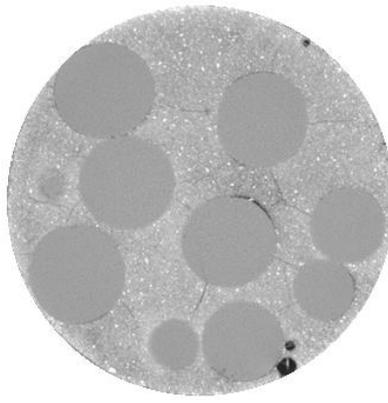
Pom-3-L (T=20°C HR=12%)



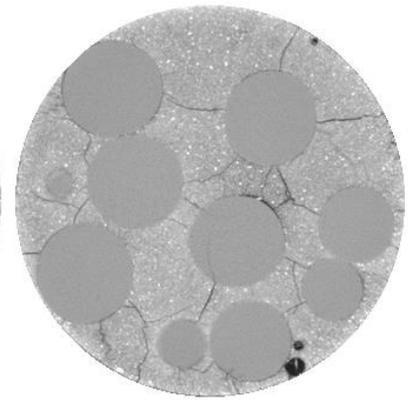
Pom-3-L (T=105°C)



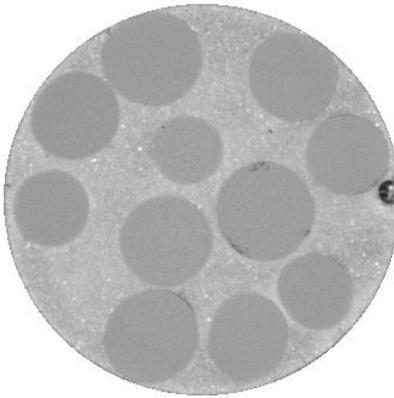
Ver-68-R (En saturé)



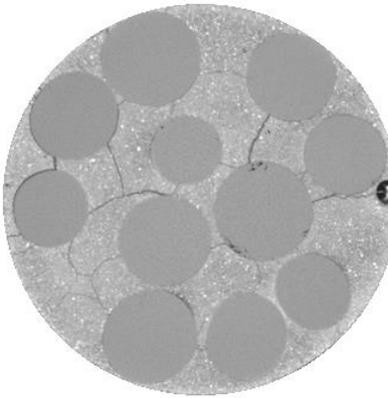
Ver-68-R (T=20°C HR=12%)



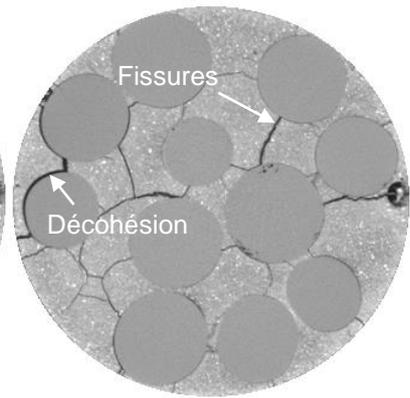
Ver-68-R (T=105°C)



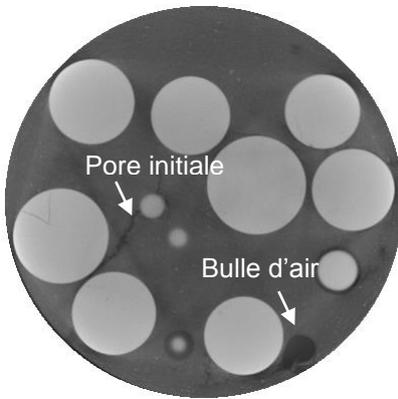
Ver-68-L (En saturé)



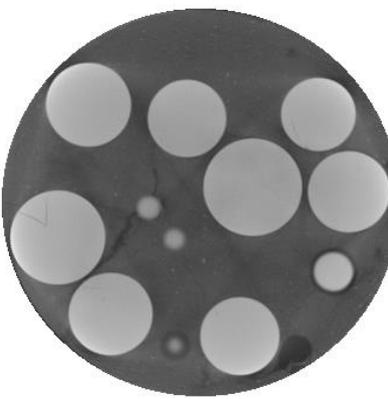
Ver-68-L (T=20°C HR=12%)



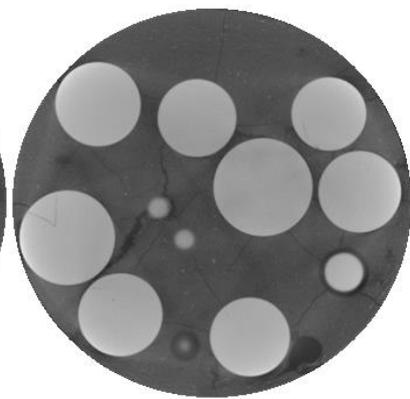
Ver-68-L (T=105°C)



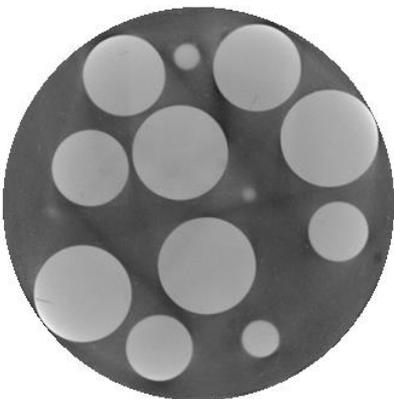
Ti-112-R (En saturé)



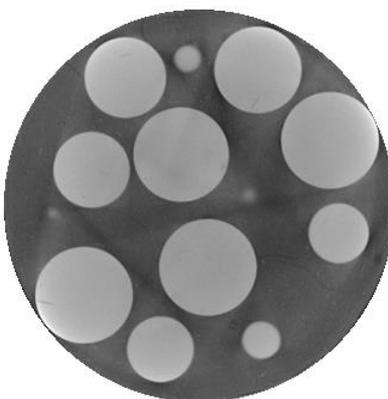
Ti-112-R (T=20°C HR=12%)



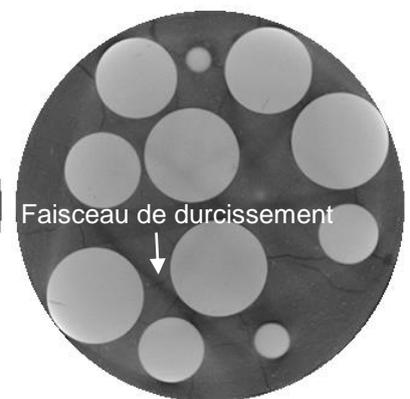
Ti-112-R (T=105°C)



Ti-112-L (En saturé)



Ti-112-L (T=20°C HR=12%)



Ti-112-L (T=105°C)

Fig 2.21 Coupes microtomographiques à différentes étapes de séchage pour différents échantillons

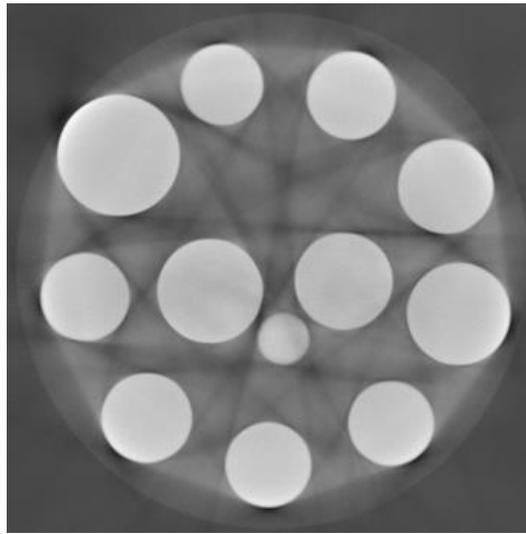


Fig 2.22 Coupe microtomographique pour un échantillon avec billes de Zircon

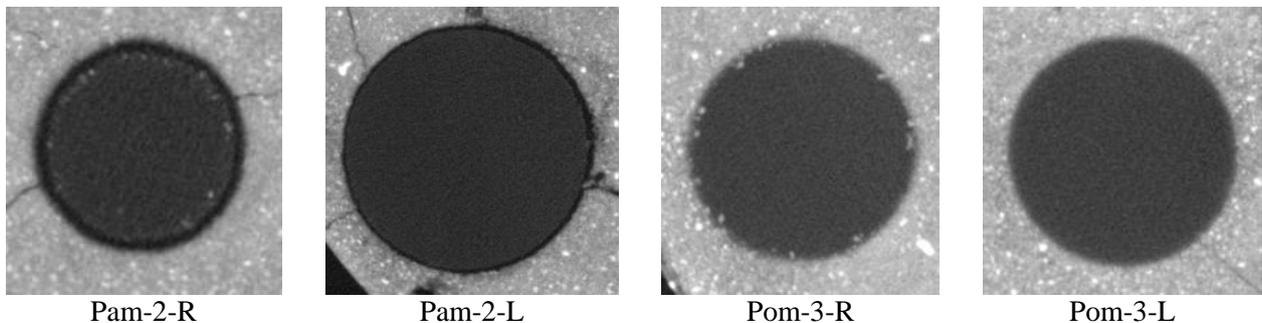


Fig 2.23 Comparaison de l'état de surface des billes de polymère sur coupe microtomographique des échantillons Pom et Pam

### Etat saturé et effet du processus de séchage

A l'échelle d'observation (environ  $7 \mu\text{m}$ ), il n'y a pas de fissures visibles sur les éprouvettes saturées sauf les éprouvettes avec des billes de polyamide et l'éprouvette Pom-3-L. Lorsque les éprouvettes sont à l'état saturé deux types de « pores » initiaux peuvent être relevés. L'un des types regroupe les bulles d'air et l'autre des bandes irrégulières (sur les coupes 2D) avec une largeur relativement importante et très variable (Fig 2.24). Le deuxième type peut être observé autour des billes ou dans la matrice. Leur distribution ne possède des caractéristiques spécifiques. Ceci peut être dû à un mélange insuffisant entre les billes et la matrice et une absence de contact suffisant à l'interface lors de la mise en œuvre des échantillons. En fait, il est difficile de définir les fissures ou des « pores » dans l'éprouvette Pom-3-L saturée, car ces fissures ou ces « pores » sont sous forme de « vraies fissures » mais ils ont une largeur plus grande que les autres. De plus, différentes que celles-ci dans les Pam, ils n'apparaissent pas partout mais localisés dans une partie de l'échantillon. Le mécanisme exact qui a abouti à leur création n'a pu être établi (retrait empêché au jeune âge, méthode de démoulage, ...).

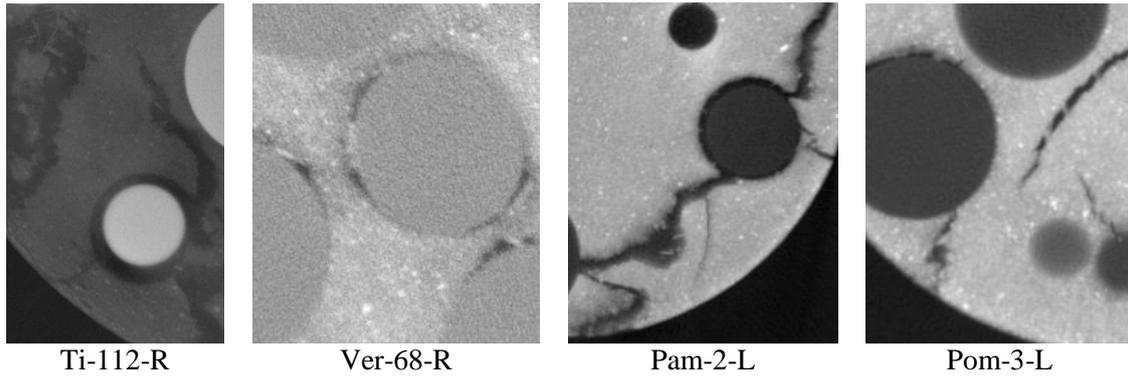


Fig 2.24 Zoom sur les défauts initiaux dans certains composites

Concernant l'échantillon avec billes de polyamide (Pam), on observe des fissures à l'état saturé. Ces fissures sont produites autour des billes ou entre les billes et la surface de l'échantillon. Dans ce cas, le mécanisme supposé est que les billes ont gonflé à cause de la présence d'eau (détaillé par la suite dans le paragraphe « Effet de la rigidité des inclusions »). Ces défauts sont généralisés dans la section entière et dans tout l'échantillon. Donc, ces phénomènes sont compatibles avec l'hypothèse que les billes de polyamide ont gonflé en présence d'eau. Dans l'éprouvette Pom-3-L saturée, ce phénomène les « fissures » visibles sont localisées et non réparties, le phénomène lié à leur apparition étant probablement différent ou plus complexe.

Après la première phase du processus de séchage ( $T = 20^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{HR} = 12\%$ ), des fissures très fines ont commencé à apparaître dans les échantillons avec des billes de Titane. Elles ont une direction radiale autour des billes ou entre les billes, mais elles restent d'ouverture très faibles : le niveau de gris de ces fissures sont très peu de différentes du fond environnant. Des fissures sont également apparues dans les échantillons avec des billes de verre et présentent des caractéristiques de distribution similaires. Enfin, seules de très fines fissures sont visibles dans les échantillons avec les billes de polyacétal ayant la surface lisse.

Dans les échantillons avec des billes de polyamide, les fissures se développent légèrement par rapport à l'état saturé.

Après la seconde phase du processus de séchage ( $T=105^{\circ}\text{C}$ ), des fissures apparaissent dans tous les échantillons. Elles sont plus larges et plus longues, certaines d'entre elles se sont connecté les unes aux autres. Il est à noter que les fissures sont souvent entre les billes ou entre des billes et la surface de l'éprouvette comme cela avait déjà été observé pour certains échantillons après l'étape 1 de séchage.

Dans le cas est montré dans la Fig 2.25, les fissures n'apparaissent pas directement entre les billes, mais cela est lié à la représentation uniquement 2D. En réalité, elles suivent le même schéma de localisation mais influencé par une autre bille dans la direction de l'axe Z. Ainsi, du point de vue tridimensionnel, les fissures tendent à être des plans joignant les billes entre elles.

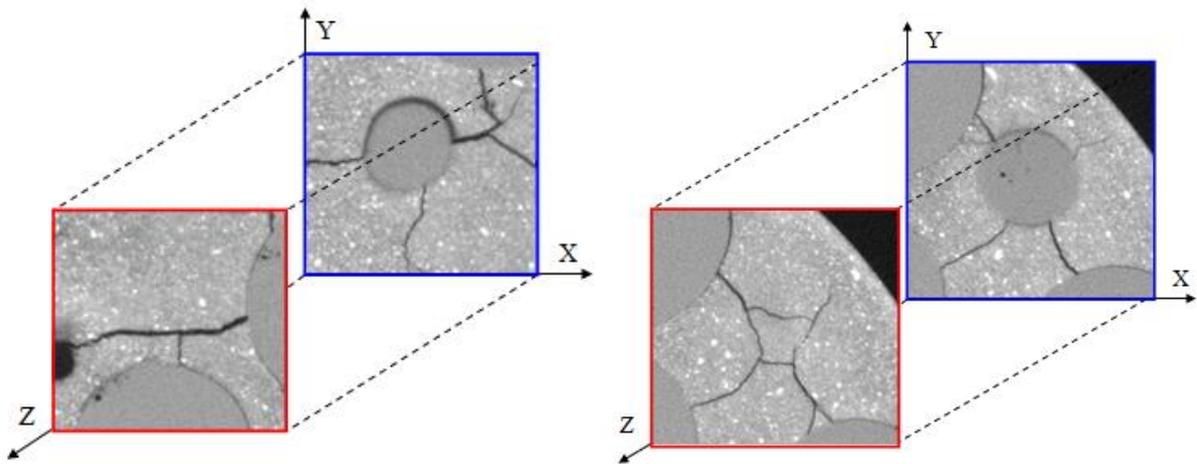


Fig 2.25 Fissures extraites de la Fig 2.21 (cadre rouge) et leur évolution dans la direction de l'axe Z (cadre bleu) pour un composite ciment-verre après séchage

#### Effet de l'état de surface des inclusions

On peut remarquer une caractéristique importante : les fissures dans les échantillons avec des billes de surface lisse semblent avoir une largeur plus grande que dans les échantillons avec des billes de surface rugueuse. Autour des billes présentant une surface rugueuse, des fissures fines et courtes peuvent être trouvés, tandis qu'autour des billes de surface lisse, les fissures le long de l'interface des deux matériaux dites « fissures circonférentielles » sont plus susceptibles d'être vues, ce qui montre le détachement de l'interface entre les deux matériaux. Par conséquent, l'état de surface est un facteur très important dans la distribution des contraintes dans le matériau. La surface rugueuse rend la liaison de deux matériaux plus importante et augmente la contrainte de cisaillement qui peut être transmise au niveau de ces interfaces. Par conséquent le phénomène de décollement des 2 phases à l'interface sera réduit pour les billes rugueuses. La quantification de cet effet sera étudiée dans le chapitre consacré à l'analyse quantitative des résultats.

#### Effet de la rigidité des inclusions

##### Pam-2

Les fissures sont apparues avant la première analyse tomographique (état saturé) dans les échantillons avec des billes de polyamide. A ce moment, la morphologie de base des fissures est formée. Dans l'étape suivante, le degré de développement et de changement des fissures est faible. Ce comportement est singulier comparativement aux autres composites : des fissures dans les échantillons avec des billes de polyamide dans la phase de saturation, sont probablement dues à la légère absorption d'eau de ce matériau (Tableau 2.4). Les matériaux utilisés pour les billes sont pour la plupart non poreux, sauf pour le polyamide dont l'absorption d'eau est un plus importante que pour les autres (Tableau 2.4). Cette absorption s'accompagne très probablement d'un gonflement des billes pouvant entraîner l'apparition des fissures observées.

En comparant le bord des billes de polyamide dans les différentes étapes de séchage (Fig 2.26), on remarque que les fissures circonférentielles semblent très fréquentes dans la première phase et la deuxième phase de séchage à la fois dans les échantillons avec la surface

lisse et rugueuse. Ceci est anormal selon les observations des autres composites et même dans le cas où les billes de polyamide ont une surface plus rugueuse (voir l'analyse ci-après sur Fig 2.28). Par ailleurs, il est vérifié que les fissures circonférentielles dans les deux dernières étapes sont dues à la contraction des billes après la perte d'eau par une simple mesure des pixels de billes (par exemple, le diamètre mesuré d'une bille dans l'éprouvette Pam-2-R à l'état saturé est d'environ 1.99mm, le diamètre mesuré de cette bille après le séchage à 20°C est d'environ 1.96mm). Avec le gonflement initial par absorption d'eau, puis la contraction par la perte de l'eau, et enfin l'expansion thermique (séchage à 105°C), la caractéristique de fissuration pour ces échantillons est un peu différente des autres composites étudiés.

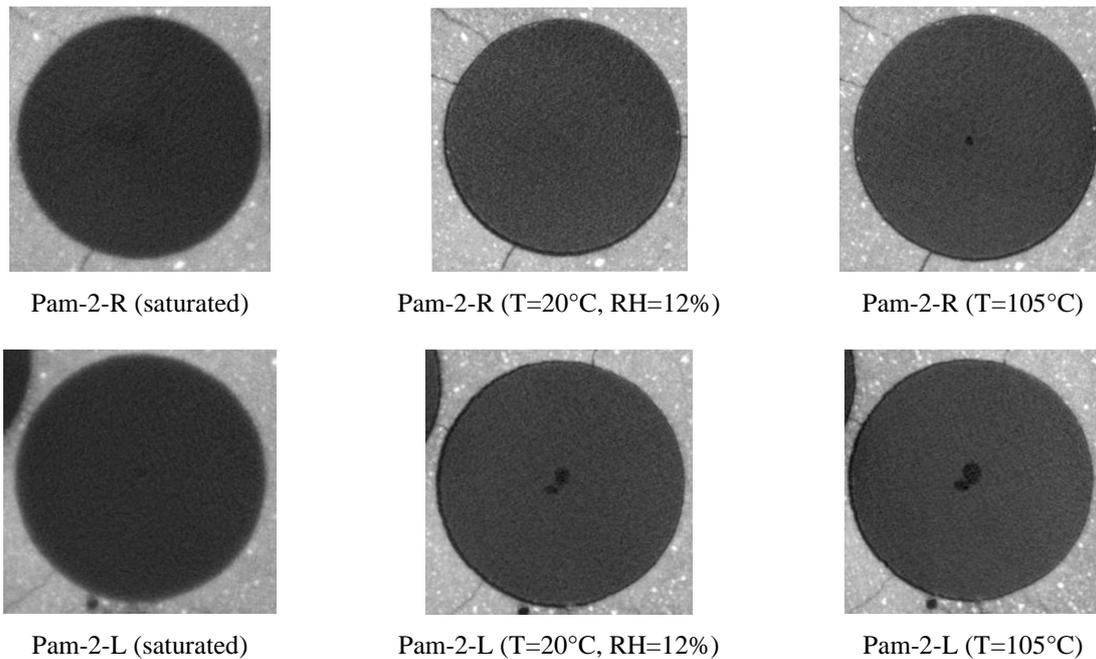


Fig 2.26 Zoom sur les billes de polyamide dans les coupes microtomographiques (aux différents états de séchage, pour billes lisses et rugueuses)

### Pom-3

Les fissures sont apparues principalement dans la phase finale de séchage (105°C) dans les échantillons avec des billes de polyacétal, ce qui indique que le niveau de contraintes à l'intérieur des échantillons est relativement faible à l'étape précédente de désaturation. Les fissures ouvertes sont plus larges dans l'échantillon avec les billes à surface lisse que l'échantillon avec les billes à surface rugueuse après le séchage à 105°C. Le coefficient de dilatation thermique linéaire peut probablement jouer un rôle sur les dilatations des billes pendant le séchage à 105°C et augmenter la fissuration (Tableau 2.4).

### Ver-68 et Ti-112

Les fissures montrent une tendance de développement progressif selon les étapes de séchage dans les échantillons avec des billes de verre et dans les échantillons avec des billes de titane. Il semble qu'il n'y a pas beaucoup de différence sur la quantité de fissures dans ces deux types d'échantillons, mais les fissures circonférentielles semblent beaucoup moins nombreuses dans les échantillons avec des billes de titane à cette échelle d'observation. Cette observation qualitative peut être influencée par le fort coefficient d'absorption de bille de de

titane qui empêche la détection de ces fissures circonférentielles. De plus, les fissures radiales sont plus fines et plus difficiles à détecter (peut-être à cause du fort coefficient d'absorption de bille de titane et des artefacts liés à ce fort contraste) après la première étape de séchage.

### Zr-200

Par ailleurs, après la première étape de séchage, il est difficile de détecter des fissures à l'œil nu dans les échantillons avec des billes de Zircone. Les fissures ouvertes peuvent être observées à partir de la surface externe de ces échantillons après la deuxième étape de séchage (Fig 2.27). La largeur ouverte de fissures dans la surface des échantillons avec des billes de Zircone semble plus grande que pour les échantillons avec des billes de verre et des billes de Titane, ainsi que des billes de polyamide. Une étude quantitative est donc nécessaire pour confirmer cette première analyse visuelle.

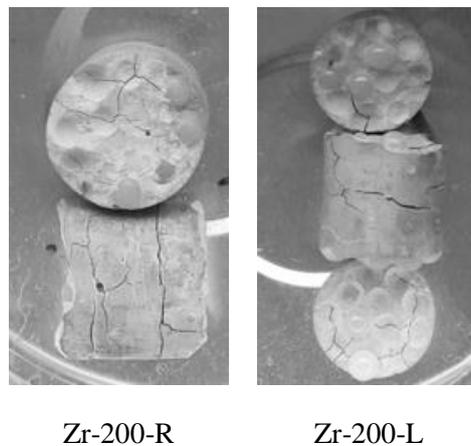


Fig 2.27 Les fissures dans les composites ciment-billes de Zircone après le séchage à 105°C

Ainsi, on peut voir que la rigidité est un facteur important sur la fissuration. La présence d'inclusions rigides affecte le retrait libre de la matrice cimentaire et engendre des contraintes, qui sont connues comme un effet local. Cet effet devrait être plus évident lorsque le contraste de la rigidité des inclusions est plus grand. Le module d'Young pour la pâte de ciment est d'environ 16 GPa (Rougelot 2008) et les valeurs pour des billes étudiées sont données respectivement dans le Tableau 2.4. La rigidité de deux types de polymères est proche (2 à 3 GPa) et inférieure à la valeur de la pâte de ciment, la rigidité des autres matériaux est plus grande que pour la pâte de ciment. Etant donné que le coefficient d'atténuation est plus grand pour les échantillons avec des billes de titane, des valeurs de gris pour la matrice sont plus élevées, l'observation des fissures est donc rendue plus difficile. En outre, d'autres paramètres (dureté, coefficient de Poisson, ...) (Tableau 2.4) pour Titane peuvent également avoir un léger impact supplémentaire sur la fissuration.

L'effet de la rigidité est reflété fondamentalement dans ces observations expérimentales (ouverture des fissures plus importante à mesure que le module d'Young des billes s'accroît) même si ce n'est pas si évident pour celles avec les billes de Titane à cause de difficultés d'interprétation des images issues de la microtomographie (distinction plus difficile des fissures circonférentielles autour des inclusions à cause du relatif fort contraste d'absorption de rayons X notamment).

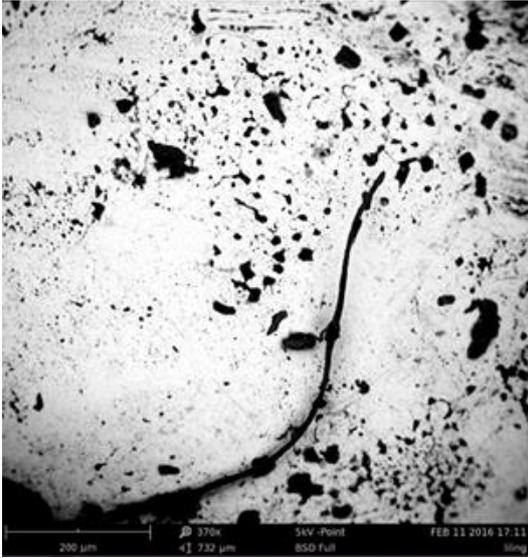
Tableau 2.4 Paramètres principaux des billes\*

	Polyamide 6.6	Polyacétal	Verre	Titane	Zircone
Composition chimique	$(C_{12}H_{22}N_2O_2)_n$	$(CH_2O)_n$	<u>(63-81)% SiO<sub>2</sub>, (9-15)% Na<sub>2</sub>O, (7-14)% CaO, 6% MgO, 2% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>...</u>	<u>l'alliage en titane</u>	<u>95% ZrO<sub>2</sub>, 5% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></u>
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	<u>1.14</u>	<u>1.40</u>	<u>2.5</u>	<u>4.45</u>	<u>6.05</u>
Module d'Young (GPa)	1.7-2	2.4-2.8	<u>68</u>	112	<u>200</u>
Dureté <sup>**</sup>	<u>100 D</u> 78-121HRR 85-180MPa BIH	<u>80 D</u> 69-121HRR 30-179MPa BIH	<u>465-585HK</u> 450-550HV	<u>28-42HRC</u> 290-420HV	<u>1100HV</u>
Coefficient de dilatation thermique linéaire (1/°C)	70-100	80-100	<u>9.6</u>	8.9	<u>10</u>
Conductivité thermique (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	0.2-0.3	0.2-0.31	<u>1</u>	16	<u>2</u>
Absorption d'eau	2-4%	0.25%	-	-	-
Coefficient de Poisson	0.38-0.45	0.35-0.43	0.17-0.25	0.26-0.34	0.23-0.32

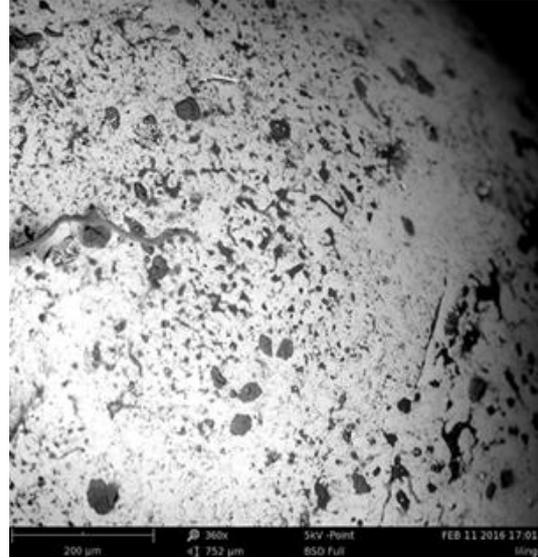
\* Les paramètres soulignés sont fournies par le fabricant, les autres sont obtenus à partir de données de la bibliographie.

\*\* Dureté Knoop (HK); Dureté Duromètre Shore (D); Dureté Vickers (HV); Dureté Brinell (HB); Dureté Rockwell (HR); Par pénétration Dureté (BIH). Ces méthodes sont appropriées pour mesurer différents types de matériaux, et il n'y a pas de formule de conversion directe et unique, seulement certaines méthodes empiriques.

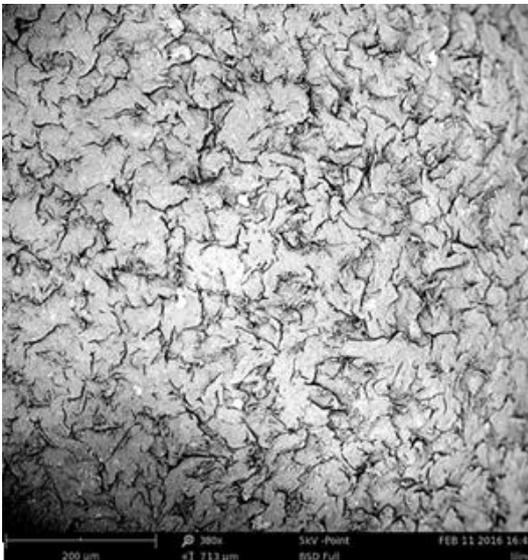
L'état de surface considéré comme « lisse » (en réalité, il s'agit de l'état de surface des billes directement fournies par les fabricants) n'est pas identique pour toutes ces différentes billes. Ceci pourrait ainsi fausser les analyses comparatives réalisées si cet état de surface est trop différent entre billes à surface « lisse ». Afin d'évaluer l'importance de cette influence, une investigation sur la rugosité des billes lisses est fait par Microscopie Electronique à Balayage (MEB ou SEM en anglais). La Fig 2.28 présente les surfaces des différentes billes à la même échelle de grossissement. Les mouchetures noires dans la figure sont des petits éléments saillants ou de petites cavités à la surface comme illustré dans la Fig 2.29 sous deux angles d'observations. A partir de ces observations, on peut voir que la surface de bille de polyamide est plus rugueuse que les autres, qui semblent avoir des aspérités de surface semblables : le caractère « lisse » regroupe donc des états de surface similaires pour les différentes billes, à l'exception du polyamide.



Ti-112-L (360X)



Ver-68-L (360X)

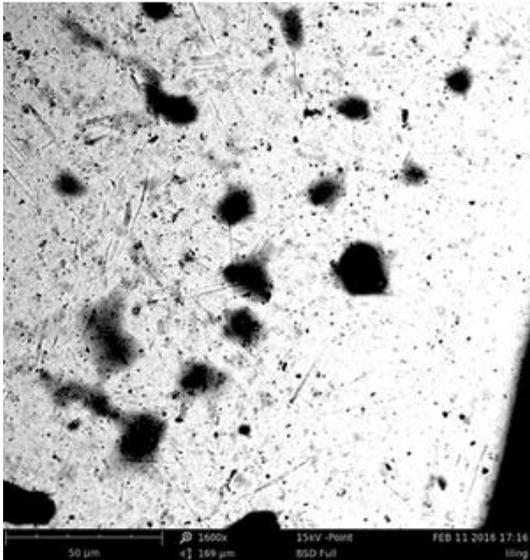


Pam-2-L (380X)



Pom-3-L (370X)

Fig 2.28 Etats de surface des billes observées par MEB (entre parenthèses : grossissement utilisé)



Ti-112-L (1600X) (vue de dessus)



Ti-112-L (1600X) (vue de côté)

Fig 2.29 Observation de la surface d'une bille de titane (surface lisse) sous deux angles de vue

Il peut y avoir des contraintes initiales dans les échantillons qui sont habituellement causées par la contraction endogène de la pâte de ciment, même si cela est limité par la suite par la conservation sous eau saturée en chaux après démoulage des échantillons. Cela peut expliquer en partie l'existence de fissures même à l'état initial saturé.

Lorsque l'échantillon est ensuite exposé à une certaine température et humidité relative, un retrait différentiel apparaît dans la matrice, même en l'absence d'inclusions. En effet, durant le séchage, l'état de saturation dans tout l'échantillon n'est pas homogène (et potentiellement la température si l'on sèche à des températures différentes de celles de conservation sous eau) : un effet de retrait différentiel entre les parties périphériques et centrales de l'échantillon a lieu. Cet effet est qualifié de structurel (il dépend de la géométrie de l'échantillon) et modifie cet état de contrainte initiale. Dans le cas où le matériau contient des granulats, un retrait local empêché ou au moins limité par la présence de ces inclusions rigides est observé. Il engendre des contraintes, mettant principalement en compression les inclusions et conduisant à un état de contraintes de tension orthoradiale en périphérie de ces inclusions. Lorsque la contrainte dans les matériaux, et notamment la matrice cimentaire dans les zones de tension, dépasse la résistance à la traction du matériau, des fissures sont générées. Dans notre cas avec les granulats de diamètre de 2 mm, l'effet local apparaît plus évident par rapport à l'effet structurel au vu du faciès de fissuration observé (fissures essentiellement radiales autour des inclusions ou entre inclusions). La force de liaison sur les interfaces entre deux matériaux est plus petite. Les contraintes dans ces zones peuvent plus rapidement dépasser la résistance de la liaison. L'effet de l'interface est également évident (décollement à l'interface) principalement dans les composites avec les billes lisses, ce qui est cohérent avec l'impossibilité de développer une bonne adhérence entre matrice et billes sphériques lisses.

Les coupes virtuelles (perpendiculaires aux génératrices des échantillons) d'échantillons issues des reconstructions 3D choisies précédemment ne permettent de remonter qu'à une information sur une petite partie de l'échantillon. Même si les observations générales présentées ci-dessus sont visibles également dans les différentes autres coupes, des effets liés

à la disposition des billes, à leur fraction volumique dans la tranche considérée ou à une variabilité des matériaux (inclusions, matrice) peuvent exister. La connaissance d'informations tridimensionnelles sur la microstructure des composites rendue possible par la microtomographie autorise la possibilité de réaliser des coupes virtuelles dans d'autres directions.

Des exemples de coupes qui sont parallèles à l'axe de révolution sont présentées (Fig 2.30) (voir annexe I pour tous les échantillons). Les échantillons fabriqués sont pour certains relativement fragiles de par leur faibles dimensions, la présence de billes et la fissuration engendrée par le séchage. Par conséquent, certains échantillons se sont cassés en deux parties lors du démoulage ou lors des manipulations. Toutes les parties de ces échantillons ont été conservées et analysées.

Il semble que les pores initiaux horizontaux en l'état saturé sont plus susceptibles de se produire dans les éprouvettes avec billes de Titane et plutôt sur la partie haute de volume. Les fissures situées dans la partie haute peuvent être un peu longues que celles situées au bas à cause d'une hétérogénéité de distribution des billes dans la hauteur de volume (voir annexe II). En fait, une plus faible fraction volumique des billes est observée dans la partie supérieure (légère ségrégation lors de la mise en œuvre), de sorte que l'espace entre les deux billes est plus grand. Cela peut conduire à la formation d'une fissure relativement plus grande (la propagation des fissures étant moins limitée par les inclusions).

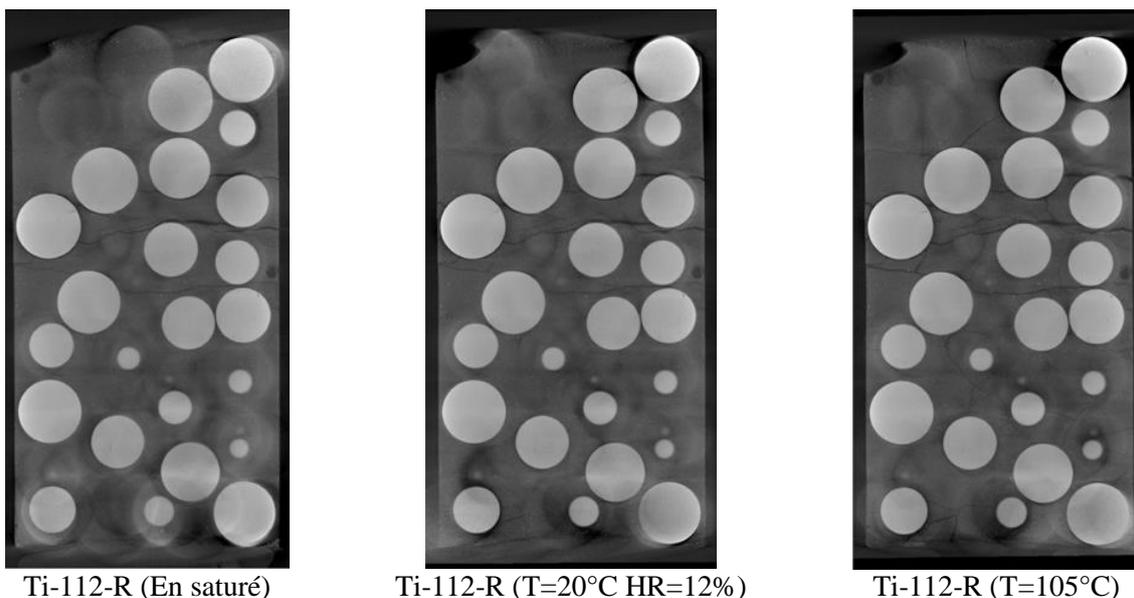


Fig 2.30 Coupes microtomographiques verticales dans différentes étapes de séchage pour le composite ciment-billes de Titane (surface rugueuse)

La Fig 2.31 présente un exemple de l'histogramme de la distribution des niveaux de gris dans une coupe microtomographique pour l'échantillon Pom (voir annexe III pour les autres échantillons). Le premier pic (vide) correspond à l'air environnant lors de l'acquisition microtomographique et l'intensité de gris ne change pas fondamentalement. Il n'y a pas de pic visible pour les fissures en raison du très petit nombre de pixels concernés et d'un niveau de gris intermédiaire entre celui de l'air environnant (fissure largement ouverte) et celui de la matrice (fissure peu ouverte). Ainsi, le palier entre le vide et la matrice traduit les fissures en

différent degré d'ouverture. Les niveaux de gris correspondant aux billes dépendent de leur nature et peuvent ou non être similaires à ceux de la matrice (superposition possible des pics des billes et de la matrice cimentaire). Le petit pic qui est au-delà de 250 d'intensité traduit la présence du ciment non hydraté (anhydres). Dans les différents états, le niveau de gris de bille ne change pas, tandis que la valeur pour la matrice change selon les états de saturation.

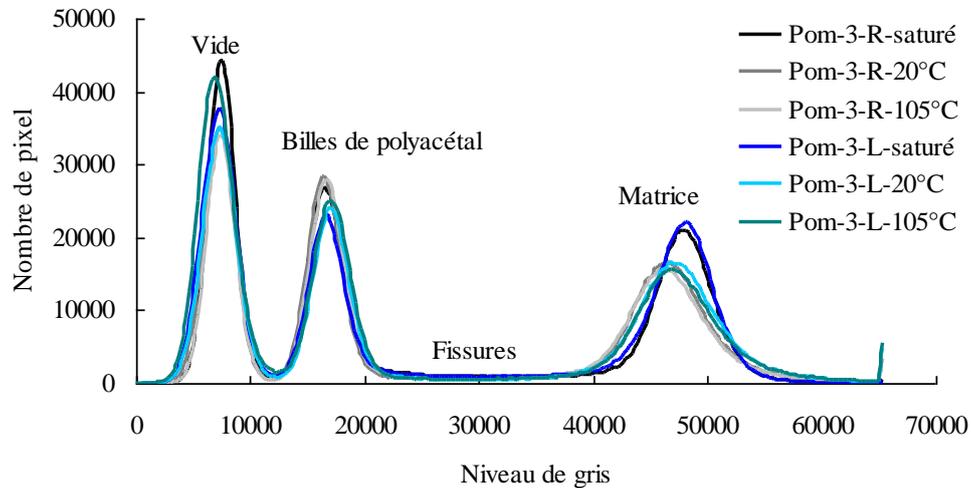


Fig 2.31 Distribution de l'intensité des niveaux de gris dans les coupes de la Fig 2.22

#### 2.4.4 Identification du réseau de fissures pour les composites ciment-billes

La segmentation d'images est une procédure plus ou moins automatisée qui permet de supprimer les structures inutiles de l'image. L'objectif est d'ici de pouvoir quantifier sur l'ensemble des échantillons l'évolution de la microstructure, et notamment de la fissuration avec le séchage. Les matériaux étudiés étant relativement différents comme relevé précédemment, cela aboutit à proposer des procédures adaptées selon le type de billes du composite étudié.

A partir de l'histogramme de niveau de gris pour l'échantillon avec bille de Titane, on peut voir qu'un grand coefficient d'atténuation de ces billes conduit à une valeur relativement faible de niveau de gris pour la pâte de ciment, qui est dans la gamme d'environ 10000-30000. Les valeurs de gris de fissures sont dans une gamme d'environ moins de 20000. Les valeurs de gris de petites fissures avec une largeur étroite sont près de 20000, en revanche, les valeurs de fissures ouvertes avec une grande largeur s'approchent progressivement des valeurs de vide. Dans ce type d'échantillons, la distribution des valeurs de gris de fissures et de la matrice sont superposées dans une large gamme. En outre, les artefacts des bandes (des bandes blanches légères le long de la direction du faisceau à cause du durcissement de faisceau) dans ces échantillons augmentent la difficulté d'identification des différentes phases. Par conséquent, la segmentation d'images basée sur une méthode de seuillage direct ne peut pas être menée à bien (Fig 2.32). Pour faire face à cela, la technique de filtrage d'image est utilisée (Fig 2.33). Le filtre médian réduit le bruit, le filtre de diffusion anisotrope homogénéise quant à lui la valeur de gris dans chaque phase. Ainsi, la différence entre les résultats de deux filtres peut permettre de séparer les fissures. Mais en même temps, la valeur intermédiaire à l'interface des deux matériaux est également mise en évidence. Donc, un masque doit être utilisé pour supprimer les informations inutiles (liées à l'utilisation des filtres et non à une information

microstructurelle) : les positions des billes, plus facilement seuillables que les fissures, servent de masque. Enfin, un dernier filtre d'analyse est appliqué pour éliminer les bruits les plus petits (composantes connexes inférieures à 100 voxels).

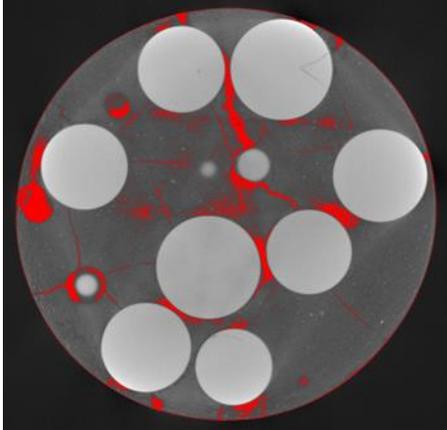
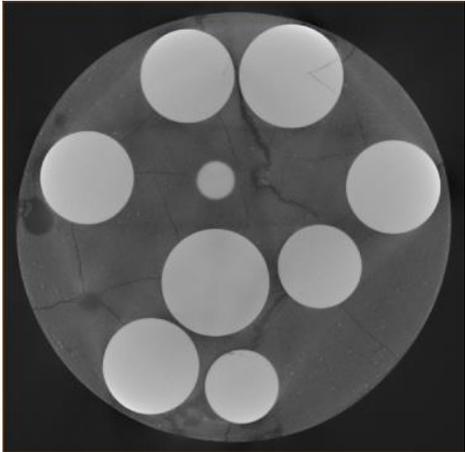
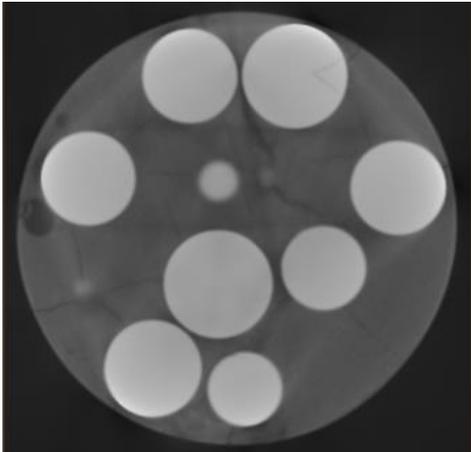


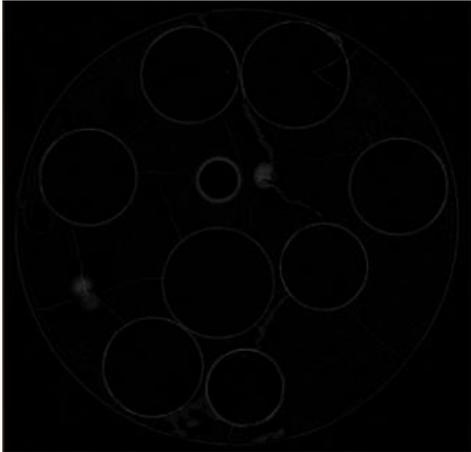
Fig 2.32 Segmentation d'image par seuillage direct



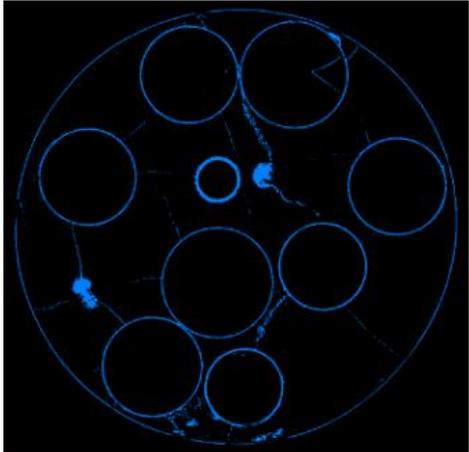
Coupe après filtre médian



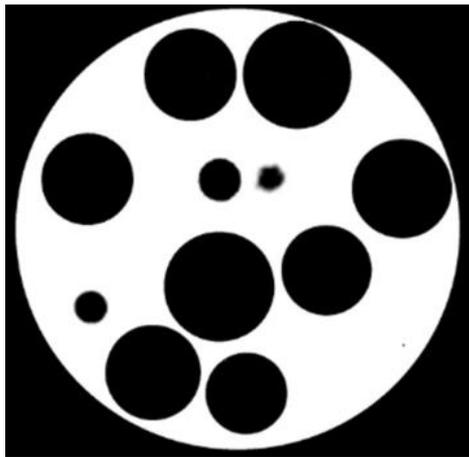
Coupe après filtre de diffusion anisotrope



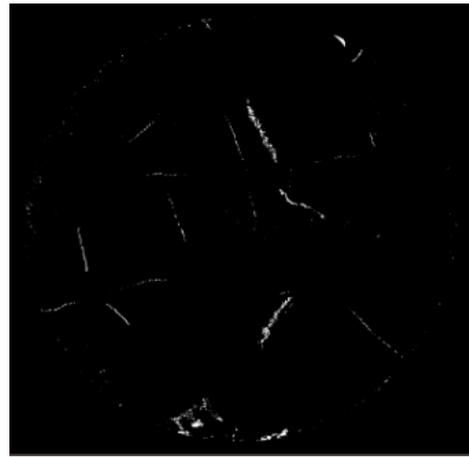
Différence entre les deux filtres



Seuillage sur la différence



Masque



Fissures identifiées après application du masque

Fig 2.33 Méthode d'identification du réseau de fissures pour les échantillons avec billes de Titane

Pour les autres matériaux, une procédure de segmentation des fissures plus simple est possible, l'absorption étant bien plus faible que celle du titane.

Pour les échantillons avec des billes de polyamide, la valeur de niveau de gris de la pâte de ciment est dans la gamme d'environ 30000-50000 et la valeur pour les fissures les plus fine est près de 40000. Afin d'éviter les informations d'interférence causés par des défauts, du bruit dans la phase « matrice » et de segmenter des fissures autant que possible, un seuil de 33000 est sélectionné (Fig 2.34). Les plus fines fissures ne sont pas incluses avec cette sélection.

Pour les échantillons avec des billes de verre et ceux qui avec des billes de polyacétal, la valeur de niveau de gris de la pâte de ciment distribuée dans la gamme d'environ 35000-60000, de sorte que le seuil de 36000 est sélectionné sur la base des mêmes considérations (Fig 2.35). Dans ce travail, un recalage d'histogramme est fait pour les différents états, mais la gamme de niveau de gris varie dans les différents échantillons selon les billes utilisées.

Par conséquent, les seuils choisis sont différents, mais la procédure d'obtention de ce seuil est la même afin de préserver la possibilité de comparer les différents résultats entre eux (sans introduire trop de biais lié au seuillage). La Fig 2.34 et Fig 2.35 montrent l'histogramme de niveau de gris après le traitement, y compris le filtre d'image, le recalage d'histogramme, l'application du masque. Ensuite, les seuils sont sélectionnés pour séparer la phase « fissures ».

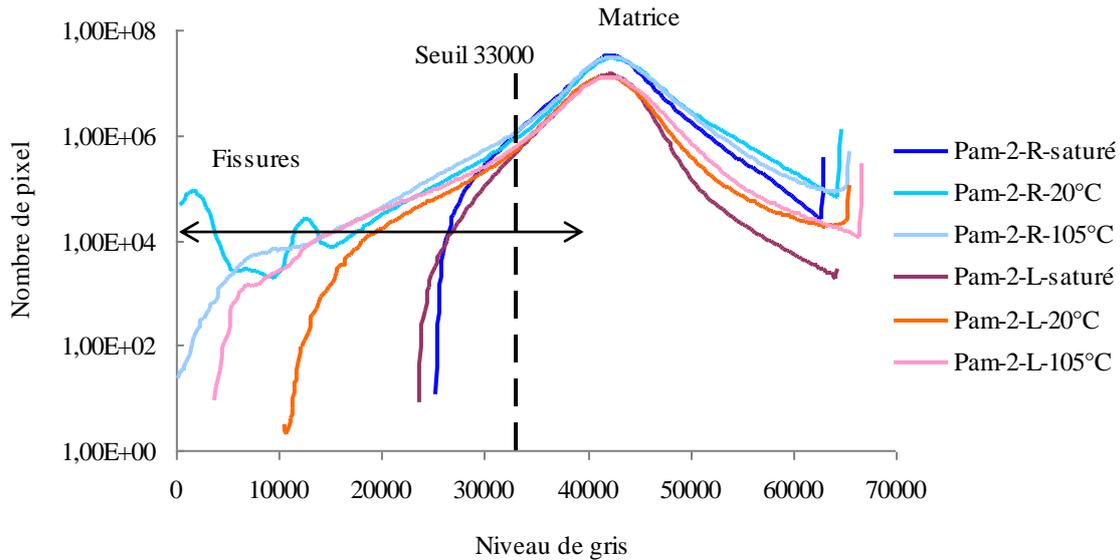


Fig 2.34 Histogramme pour les échantillons avec bille de polyamide après traitement

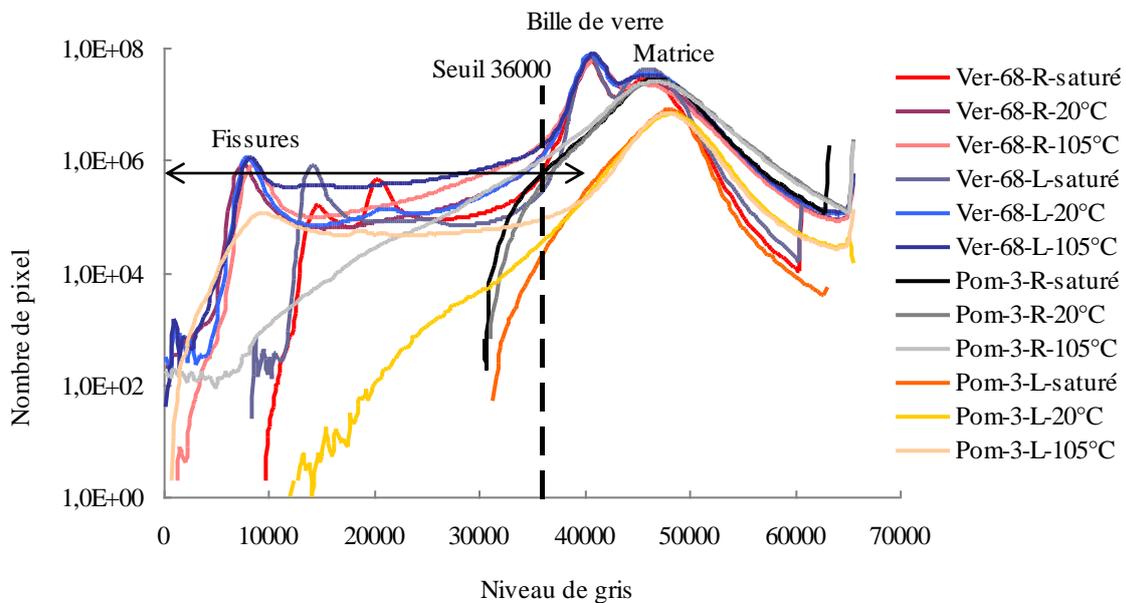


Fig 2.35 Histogramme pour les échantillons avec bille de verre et bille de polyacétal après traitement

Selon la méthode de segmentation d'image qui est décrite précédemment et les seuils sélectionnés dans le paragraphe précédent, les espaces des fissures peuvent être séparés et sont représentés sur le rendu de volume dans la Fig 2.36. On s'intéresse plus ici au développement du réseau de fissures, de sorte que l'espace fissuré est séparé et comparé dans l'analyse quantitative suivante selon le niveau de séchage.

Pour les échantillons avec billes de Titane, le pore initial irrégulier et un peu de bulles d'air sont sélectionnés en raison de la méthode de segmentation d'image (il ne contient qu'une partie de bulles d'air mais pas tous, donc on l'appelle « pores partiel » dans la Fig 2.36). Les valeurs de niveau de gris aux deux extrémités des échantillons sont souvent très variables et des informations d'interférence sont plus facilement introduites lors de la segmentation d'images. En outre certains échantillons sont en 2 ou 3 parties. Il a donc été décidé de

n'utiliser qu'un sous-ensemble du volume pour l'identification du réseau de fissures, en éliminant notamment les parties extrêmes des échantillons. Les sous-volumes étudiés sont présentés dans la Fig 2.36. Sachant que le choix de localisation du (ou des) sous-ensemble du volume peut induire un effet sur le réseau de fissure analysé, ces sous-ensembles sont représentés à la position exacte dans l'échantillon global.

Un dernier point dans l'obtention de ces fissurations est à noter : selon le matériau, les fissures circonférentielles (autour des inclusions) sont plus ou moins facilement détectables lors de la segmentation. Il est ainsi précisé dans la suite si les fissures étudiées sont les seules radiales, circonférentielles ou la somme de ces 2 types (fissuration « totale »).

Pour des échantillons avec billes de polymère, la valeur de niveau de gris des billes est proche des fissures. De même, à l'interface de deux matériaux, il y a souvent beaucoup de valeurs de niveau de gris intermédiaires qui sont très proches de la valeur de niveau de gris des fissures. Pour éviter ces interférences, le bord de bille et les billes sont également inclus dans le masque. C'est-à-dire que des fissures circonférentielles ne sont pas sélectionnées dans la Fig 2.36. Cette figure ne présente que les fissures radiales pour tous les matériaux.

Pour tenir compte des fissures totales dans l'éprouvette avec billes de polyacétal, une méthode simple est utilisée. On réalise le seuillage en séparant en même temps les fissures et les billes, puis la différence entre chaque étape de séchage peut mettre en évidence le développement de fissures.

La quantité de fissures totales dans les échantillons avec billes de verre peut être obtenue seuillage direct.

Pour les échantillons avec billes de Titane, seules les fissures radiales sont observables, la plupart des fissures circonférentielles possibles étant masquées par l'artefact lié au contraste d'absorption élevé du Titane par rapport à la matrice essentiellement.

Pour les échantillons avec billes de polyamide, on ne peut pas séparer les fissures circonférentielles avec les pixels à l'interface (une valeur intermédiaire entre les deux matériaux qui est proche du fissure), donc seules les fissures radiales sont segmentées (d'où la légende fissuration « totale = radiale »).

Par conséquent, dans l'analyse quantitative suivante, le développement du réseau de fissures est étudié selon qu'on tienne ou non compte des types de fissures observées. A partir du réseau de fissures (et défauts initiaux) obtenu, la situation complète peut être observée. Des défauts en forme de bandes dans l'échantillon avec billes de Titane peuvent être distingués. Ces défauts initiaux comme on explique au précédent sont localisés principalement dans la partie supérieure. Les fissures dans les échantillons avec billes de polyamide ont une distribution plus homogène que dans les autres composites. Pour les échantillons avec billes de verre et polyoxyméthylène, de plus grandes fissures peuvent être observées dans la partie supérieure comme on l'a expliqué précédemment : la fraction volumique des billes est plus faible dans cette partie.

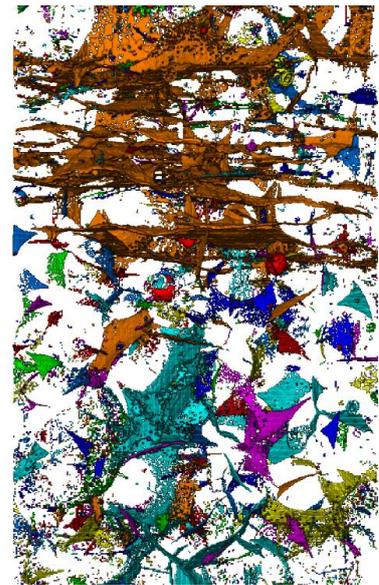
La distribution de fissures dans ces échantillons est présentée maintenant non seulement dans une section transversale, mais dans un volume plus représentatif. Cette distribution est cohérente avec l'analyse effectuée auparavant dans des coupes 2D et est capable de donner une information plus complète et fiable. Ces informations permettent de renforcer les conclusions issues à partir des coupes, et ces segmentation des fissures (et défauts) permettront dans la suite des comparaisons quantitatives détaillées.



Ti-112-R (En saturé)  
(Défauts+pore partiel+fissures radiales)



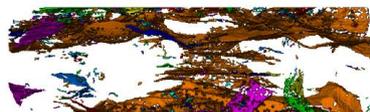
Ti-112-R (T=20°C HR=12%)  
(Défauts+pore partiel+fissures radiales)



Ti-112-R (T=105°C)  
(Défauts+pore partiel+fissures radiales)



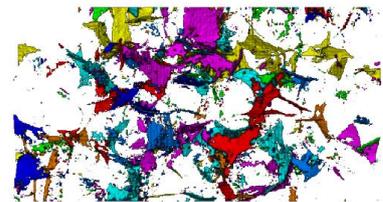
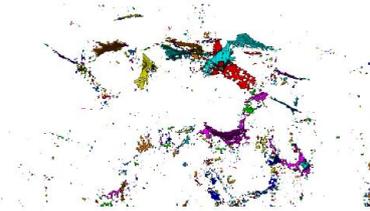
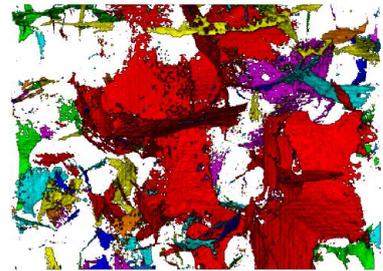
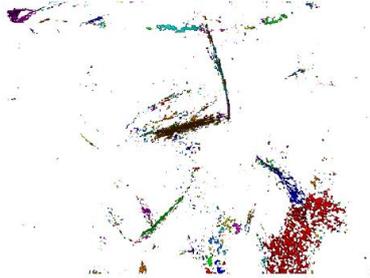
Ti-112-L (En saturé)  
(Défauts+pore partiel+fissures radiales)



Ti-112-L (T=20°C HR=12%)  
(Défauts+pore partiel+fissures radiales)



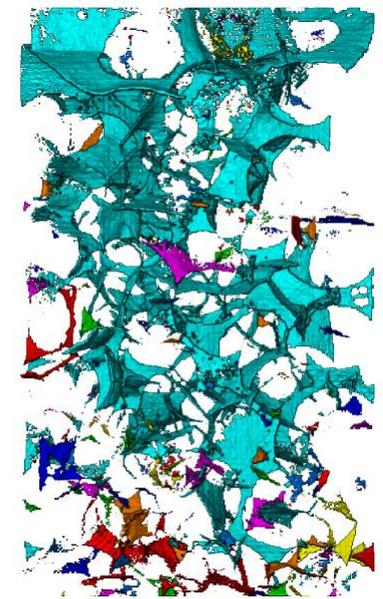
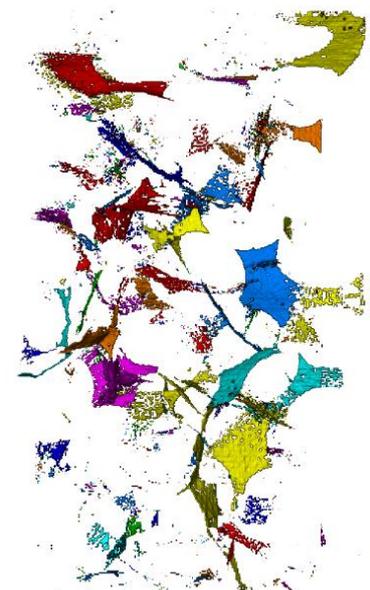
Ti-112-L (T=105°C)  
(Défauts+pore partiel+fissures radiales)



Ver-68-R (En saturé)  
(Fissures radiales)

Ver-68-R (T=20°C HR=12%)  
(Fissures radiales)

Ver-68-R (T=105°C)  
(Fissures radiales)



Ver-68-L (En saturé)  
(Fissures radiales)

Ver-68-L (T=20°C HR=12%)  
(Fissures radiales)

Ver-68-L (T=105°C)  
(Fissures radiales)



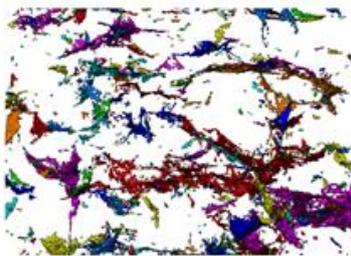
Pam-2-R (En satur )  
(Fissures radiales)



Pam-2-R (T=20 C HR=12%)  
(Fissures radiales)



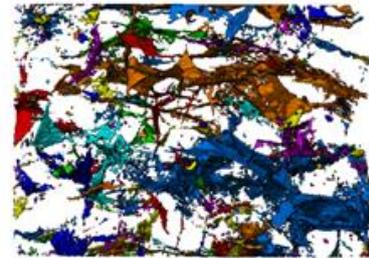
Pam-2-R (T=105 C)  
(Fissures radiales)



Pam-2-L (En satur )  
(Fissures radiales)



Pam-2-L (T=20 C HR=12%)  
(Fissures radiales)



Pam-2-L (T=105 C)  
(Fissures radiales)



Pom-3-R (En saturé)  
(Défauts)



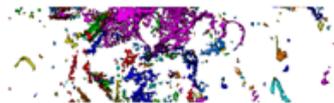
Pom-3-R (T=20°C HR=12%)  
(Défauts+fissures radiales)



Pom-3-R (T=105°C)  
(Défauts+fissures radiales)



Pom-3-L (En saturé)  
(Défauts+fissures radiales)



Pom-3-L (T=20°C HR=12%)  
(Défauts+fissures radiales)



Pom-3-L (T=105°C)  
(Défauts+fissures radiales)

Fig 2.36 Évolution du réseau de fissures radiales dans différents échantillons

#### 2.4.5 Analyse quantitative de la fissuration pour les composites ciment-billes

La Fig 2.37 montre l'évolution du volume et de la surface de l'espace fissuré avec les étapes de séchage. Seuls les échantillons avec billes de polyamide ont des fissures dans l'état saturé, les quantités de fissures pour les autres échantillons à l'état saturé sont considérés comme nuls (tous les défauts initiaux –étape 1– à l'état saturé sont retranchés à l'espace des fissures dans les étapes 2 et 3 de séchage). Une croissance des fissures est observée avec le séchage, comme cela avait déjà pu être observé qualitativement dans les parties précédentes. Il s'avère néanmoins ici possible d'étudier plus objectivement l'évolution quantifiée des fissures, en termes de volume fissuré (nombre de pixels de l'espace fissuré contenus dans le ou les sous-volumes de l'échantillon présentés au paragraphe précédent) mais aussi de surface de fissures. La quantification de la fissuration est obtenue dans un volume relativement important, de sorte que le résultat est beaucoup plus statistiquement fiable par rapport au résultat obtenu dans une seule tranche. Ici, en raison de la taille différente des sous-ensembles, les quantités de fissures sont données sous forme normalisée (volume fissuré rapporté au volume du ou des sous-ensembles analysés) Dans cette figure et dans les figures suivantes, la légende avec « total » signifie que toutes les fissurations sont prises en compte (radiales et circonférentielles autour des inclusions), la légende avec « circonférentiel » que seules les fissures localisées à la circonférence des billes sont étudiées (essentiellement des fissures liées au décollement bille-matrice) et celle avec « radial » signifie que seules sont considérées les fissures radiales. Ce choix de décomposer les fissures selon leur localisation a pour but de vérifier si le biais de la détection de ces fissures (notamment à cause du différentiel de contraste entre les inclusions et la matrice) peut conduire à une interprétation erronée des valeurs "total" de fissures. Il est ainsi par exemple possible de comparer les fissures radiales détectées dans le composite avec billes de Titane aux autres matériaux, sans préjuger de l'existence ou non de fissures circonférentielles à l'interface bille de titane – matrice. A noter que par conséquent, la fissuration « total » pour ce composite ne représente que des fissures radiales (ceci expliquant la légende « total=radial » dans la figure).

Le développement des fissures est plus important après la deuxième phase du séchage ( $T = 105^{\circ}\text{C}$  – étape 3) par rapport à la première phase excepté pour l'éprouvette avec billes de polyamide. Cela reflète également une situation différente dans ce type de composite déjà observée précédemment (fissuration à l'état initial, modifications dimensionnelles importantes des billes de polyamide avec leur état de saturation...). En comparant les fissures totales (Fig 2.37) avec les fissures radiales (Fig 2.38), on trouve que les fissures circonférentielles occupent aussi une grande partie du volume pour les composites avec des billes de verre et de Pom (Fig 2.39). L'évolution de la surface montre la même tendance que celle observée pour le volume fissuré. Même si les méthodes d'analyse d'images ont dû être adaptées selon le type de composite étudié, la procédure adoptée tente de limiter les biais liés à la segmentation dans les mesures obtenues.

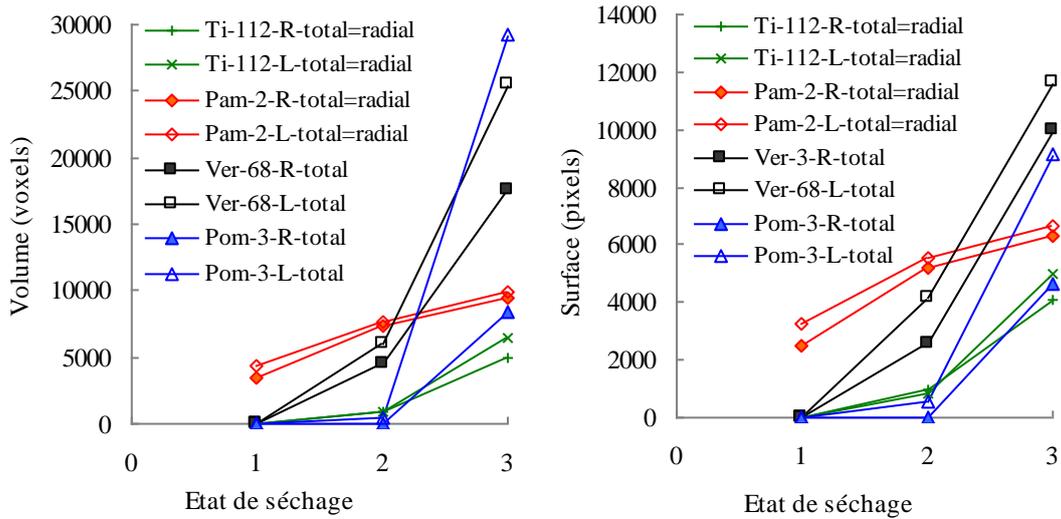


Fig 2.37 Evolution du volume et de la surface de l'espace de fissure totale avec les étapes de séchage

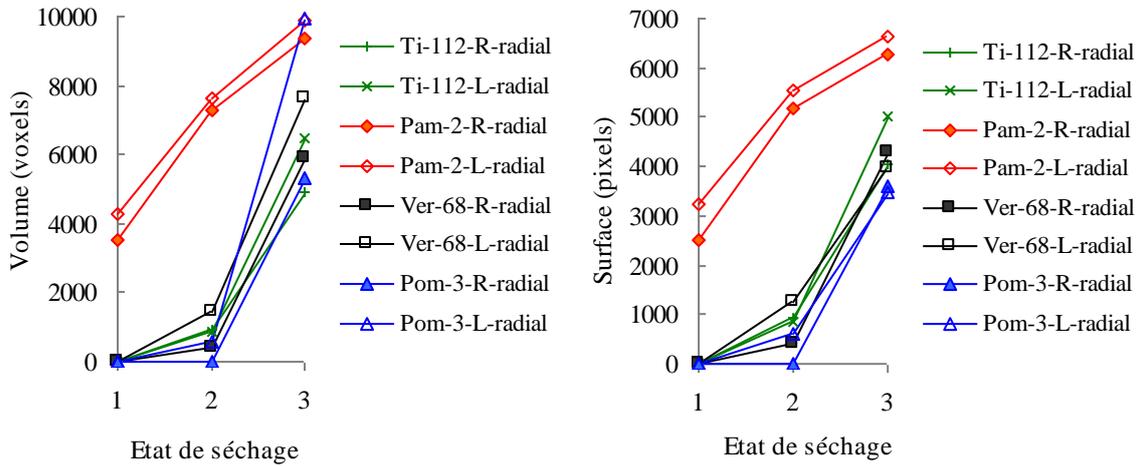


Fig 2.38 Evolution du volume et de la surface de l'espace de fissure radiale avec les étapes de séchage

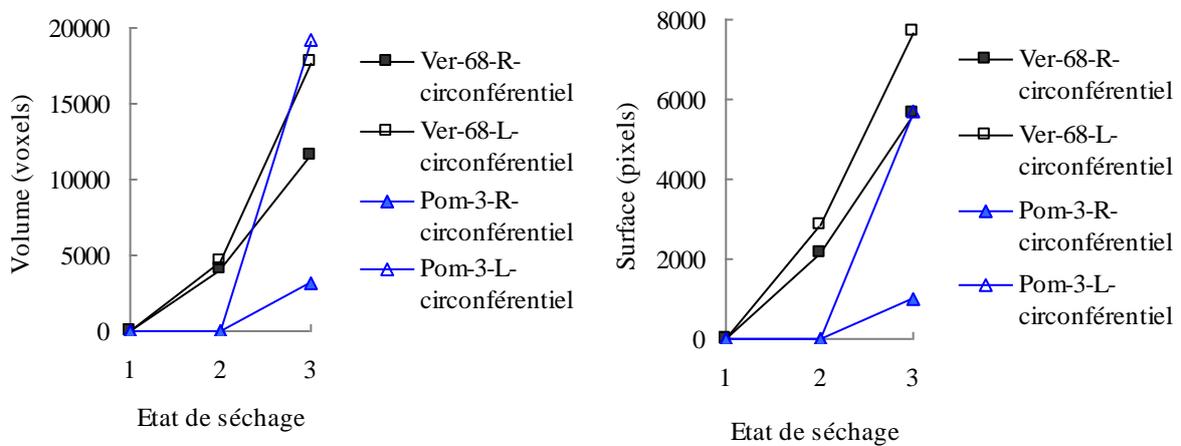


Fig 2.39 Evolution du volume et de la surface de l'espace de fissure circonférentielle avec les étapes de séchage

L'évolution du volume et de la surface de l'espace fissuré avec le module d'Young est présentée dans la Fig 2.40. En tenant compte des circonstances particulières pour l'éprouvette avec billes de polyamide (absorption d'eau et gonflement) qui par conséquent ne peut permettre de mettre en évidence l'effet direct du séchage sur la fissuration, on ne compare que les résultats pour les autres matériaux (Pom, verre et Titane par ordre croissant de rigidité).

En prenant comme base de référence la fissuration obtenue sur les composite à billes de verre après un premier séchage modéré à 20°C (étape 2), on observe que la fissuration totale pour un matériau très souple (Pom) est bien plus faible, que l'état de surface soit lisse ou rugueux. Cela met en évidence que la création de fissures est plus intense avec l'augmentation du module d'Young. Ceci s'avère confirmé si l'on étudie le séchage plus intense ( $T = 105^{\circ}\text{C}$ , étape 3) pour les billes rugueuses, mais est infirmé pour les billes lisses. L'état de surface joue donc un rôle dans l'apparition de fissures pour un séchage intense, mais ce séchage à température élevée pourrait également créer d'autres effets, par exemple une dilatation différentielle de la matrice et de la bille sous température. En comparant les coefficients de dilatation thermique du Pom et du verre, il apparaît bien que le polymère tend à se dilater de façon bien plus importante que le verre : le séchage à 105°C du Pom génère donc 2 types de déformations. La première est liée au retrait de la matrice cimentaire par séchage légèrement empêché par l'inclusion (moins que par une bille de verre plus rigide) et la seconde à la dilatation de la bille sous l'effet de la température, qui va augmenter les contraintes orthoradiales dans la matrice autour des inclusions et à la création ou développement de fissuration plus importante. Au global, la fissuration semble donc plus dépendante de l'effet de la température que du contraste de module d'Young entre billes et matrice dans le cas d'un séchage à 105°C

Si on ne considère à présent que les fissures radiales lors d'un séchage modéré, la tendance est la même, mais la croissance est beaucoup moins marquée, indiquant que le nombre de fissures circonférentielles créé est important. L'évolution des résultats de « surface fissurée » avec le module d'Young montre également des tendances globalement similaires.

Cependant, en comparant les résultats entre les éprouvettes avec billes de verre et celles avec billes de Titane, la tendance est inverse en cas des fissures totales mais la quantité est beaucoup plus proche si l'on ne retient que les fissures radiales (avec une légère diminution cependant dans le cas des billes à surface lisse et une augmentation avec les billes à surface rugueuse). En conséquence, on peut conclure que la quantité des fissures radiales augmente légèrement en fonction du module d'Young pour les billes à surface « rugueuse » si les effets liés aux dilatations thermiques différentielles sont négligeables. Une augmentation significative de fissures totales est observée entre les éprouvettes avec billes de polyacétal et avec billes de verre, mais ce n'est pas le cas pour l'éprouvette avec billes de Titane.

Cependant, il faut faire attention à certains aspects importants décrits ci-dessous qui peuvent expliquer ces résultats:

(1) La détection des fissures est plus difficile pour l'éprouvette avec billes de Titane après le séchage à 20°C et HR=12% à cause d'une largeur très faible avec seulement quelques pixels. La différence du niveau de gris entre la fissure et la matrice n'est pas aussi évidente que pour les autres matériaux. Le fort coefficient d'atténuation pour des billes de Titane engendre les artefacts de bandes et peut aboutir à sous-estimer les fissures circonférentielles. De plus, il est

difficile d'observer les fissures avec une ouverture faible : la décohésion des agrégats à partir d'une pâte de ciment en dessiccation à cause de la restriction d'agrégats peut probablement avoir lieu sans être visible comme une fissure de décohésion « ouverte ». Les contraintes de compression radiales associées à la restriction d'agrégats peuvent conduire à la fermeture des fissures de décohésion qui ont été formées par cisaillement (Goltermann 1995).

(2) La localisation du sous-ensemble du volume a des influence sur la quantité des fissures, qui est dû à la difficulté de fabriquer un échantillon parfaitement homogène. En s'appuyant sur les réseaux de fissures dans les figures du paragraphe précédent, les fissures dans la partie haute de l'échantillon sont un peu différentes que celles dans la partie basse. Généralement, une distribution de faible densité des billes est observée dans la partie haute donc l'espace entre deux billes est plus grand. Cela peut entraîner la formation d'une fissure plus étendue, c'est-à-dire plus de quantité de fissure radiale et moins de circonférentielle. En réalité, pour l'éprouvette avec billes de Titane, il y a beaucoup de défauts initiaux en forme de « bande » dans la partie haute dans les deux éprouvettes mais peu de fissures plus grandes surtout pour l'éprouvette avec billes de surface lisse. De ce fait, une quantité de fissure radiale moyenne un peu moins importante est obtenue dans ces éprouvettes. Pour mettre en évidence ces influences liées aux sous-volumes étudiés, la quantité de fissuration dans les deux sous-parties du volume et sa valeur moyenne sont données dans la Fig 2.41. Tous ces échantillons sont fabriqués dans les mêmes conditions, mais la distribution des billes est aléatoire et conduit à une variabilité de l'échantillon. La présence de défauts initiaux peut avoir une influence sur la fissuration. On note cependant que les tendances semblent identiques entre les parties haute et basse de l'échantillon, assurant que les sous-volumes étudiés restent représentatifs du comportement et de l'évolution du matériau.

(3) Avec un module d'Young plus grand, l'effet local devrait être plus important. Mais il y a peut-être plus de répartition de la fissuration autour de la bille : les fissures deviennent plus nombreuses mais moins ouvertes et sont alors plus difficiles à détecter.

(4) D'autres paramètres pour le Titane comme la dureté ou le coefficient de Poisson (Tableau 2.4) peuvent également avoir un léger impact supplémentaire sur la fissuration.

Avec ces diverses raisons, le résultat pour les échantillons avec billes de Titane a une tendance différente de celle qui pouvait être attendue au vu de l'augmentation de la fissuration entre billes souples (Pom) et moyennement rigides (verre). Des expériences complémentaires, visant notamment à essayer de bien décrire la présence ou non de fissuration circonférentielle ou l'effet de seuil de détectabilité devront être envisagées avant de conclure définitivement.

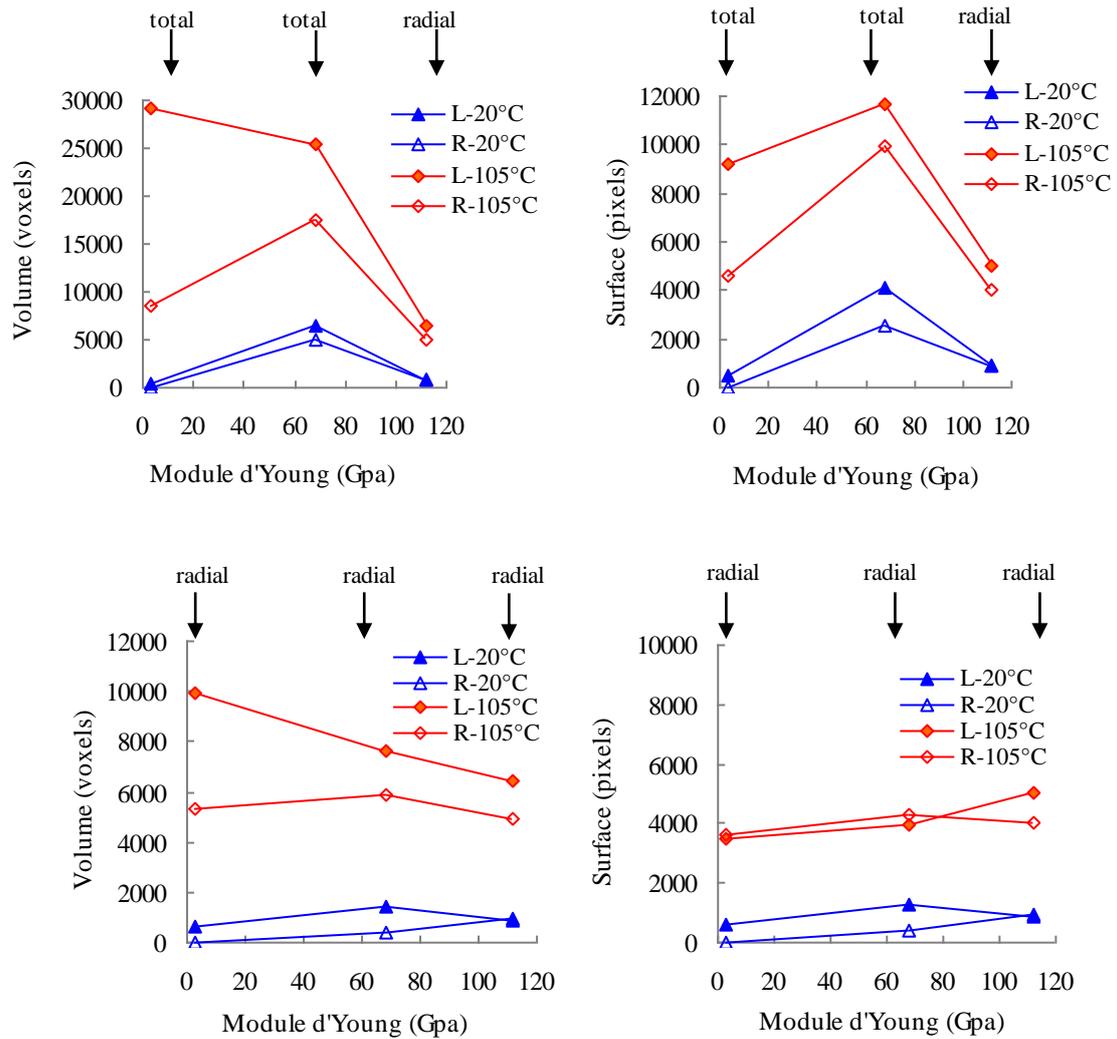


Fig 2.40 Evolution du volume et de la surface de l'espace de fissure avec les étapes de séchage avec le module d'Young

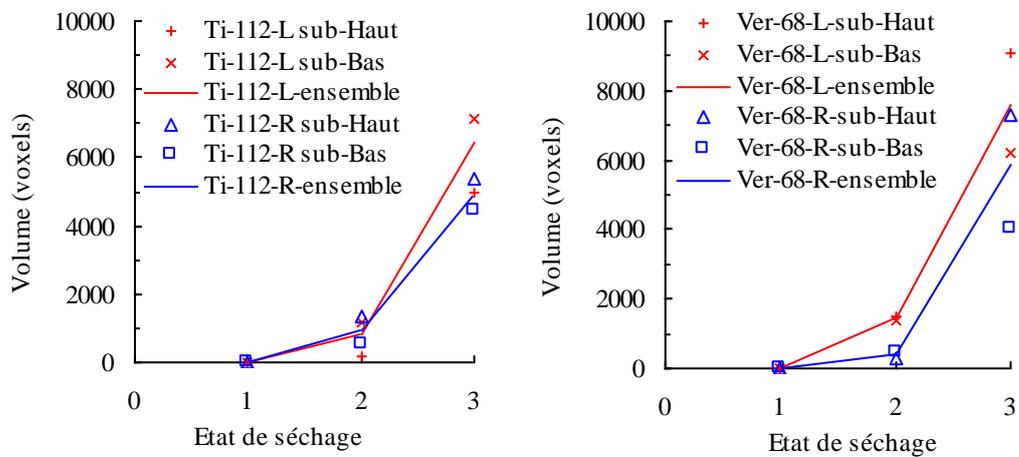


Fig 2.41 Evolution du volume de l'espace de fissure dans les sous-ensembles du volume (radial)

L'augmentation des quantités de fissures dans des conditions différentes est exposée également sur la Fig 2.42 à Fig 2.43. Quelle que soit la comparaison entre les fissures totales pour certains échantillons ou entre les fissures radiales pour d'autres composites, la différence entre les échantillons avec des billes de surface lisse et des échantillons avec des billes présentant une surface rugueuse est évidente. En particulier, la quantité de fissuration décroît en termes de volume ou surface fissurés entre les billes à surface lisse et celles à surface rugueuse, sauf pour les composites à bille de Titane peu désaturés (séchage à 20°C) pour lesquels la difficulté de détection des fissures est probablement l'effet prédominant. L'augmentation de la rugosité de surface tend donc bien à limiter la fissuration détectée, par l'accroissement de la transmission des contraintes par cisaillement à cette interface bille-matrice mais aussi par le fait que la multiplication des aspérités en surface de la bille augmente le nombre de points de nucléation possibles de la fissuration (aboutissant là encore à une augmentation du nombre de fissures mais à une diminution de leur ouverture et donc de leur détection).

Une température élevée peut provoquer l'expansion des billes de polymère et entraîner plus de ouverture de fissures. Cette influence thermique peut se superposer à l'effet de dessiccation. En effet, la dilatation thermique différentielle entre la pâte de ciment et les billes renforce ces déformations différentielles comme évoqué ci-avant.

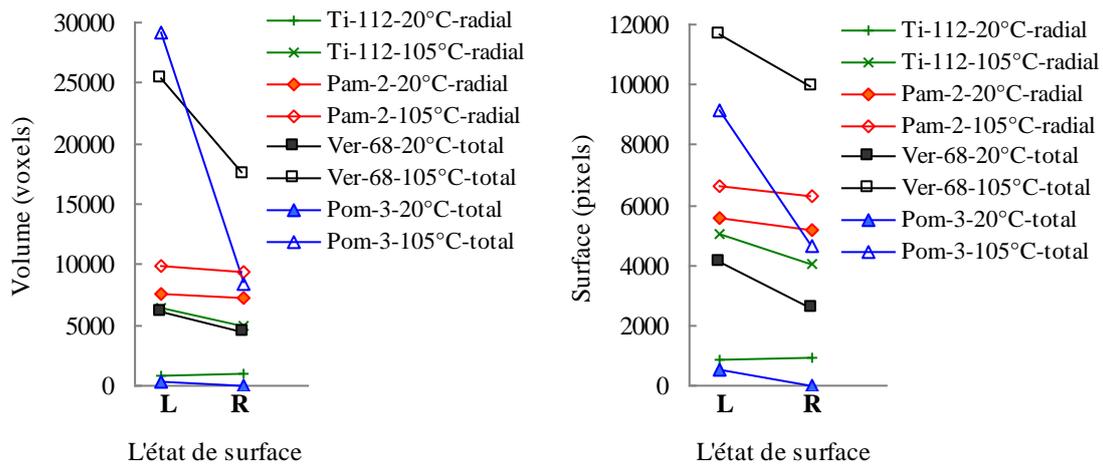


Fig 2.42 Evolution du volume et de la surface de l'espace de fissure avec les étapes de séchage avec l'état de surface

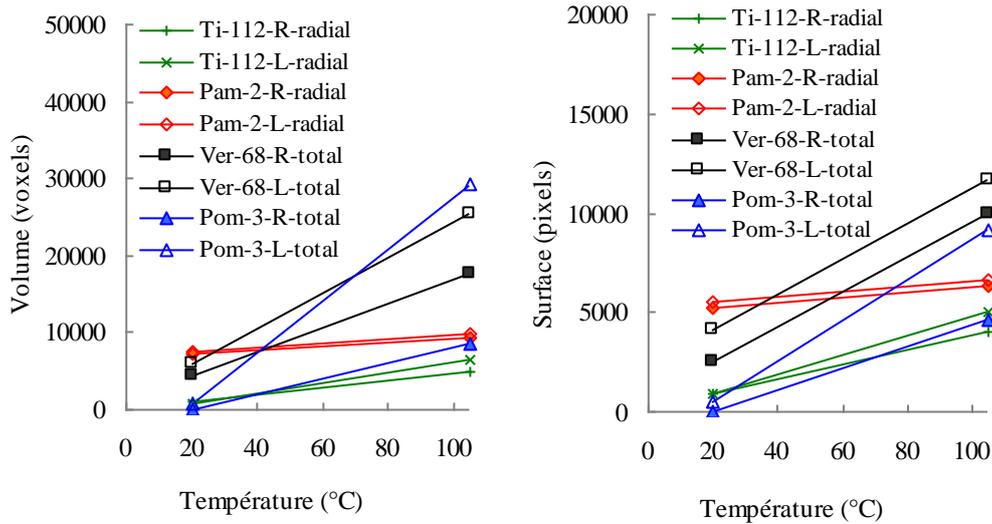


Fig 2.43 Evolution du volume et de la surface de l'espace de fissure avec les étapes de séchage avec la température

Par ailleurs, certaines mesures complémentaires sont réalisées sur les espaces de fissures segmentées pour obtenir des informations additionnelles sur la géométrie de cet espace. Il est ainsi proposé d'analyser les composantes connectées, l'orientation et la largeur de fissure. Il est à noter que les mesures dans cette étude sont basées sur les images digitales par voxels (« maillage » cubique) et les analyses quantitatives sur la largeur, l'orientation, ... sont influencées par l'effet de cette digitalisation. Ces mesures peuvent donc être surestimées ou sous-estimées par rapport au réel. Une analyse des composantes connectées permet de mesurer la connectivité du réseau de fissures. Chaque composant connecté est étiqueté avec une couleur afin qu'on puisse observer directement la situation de la connectivité (Fig 2.36). Avec l'avancement du processus de séchage, des fissures se développent progressivement et deviennent connectées, surtout si des fissures circonférentielles existent. Le volume cumulé avec la taille du composant connecté est donnée dans la Fig 2.44. Avec l'avancement du séchage, le volume et le nombre de composants connectés avec une grande taille augmente. La présence des fissures circonférentielles dans l'échantillon avec des billes de surface lisse accroît la connectivité de l'espace fissuré.

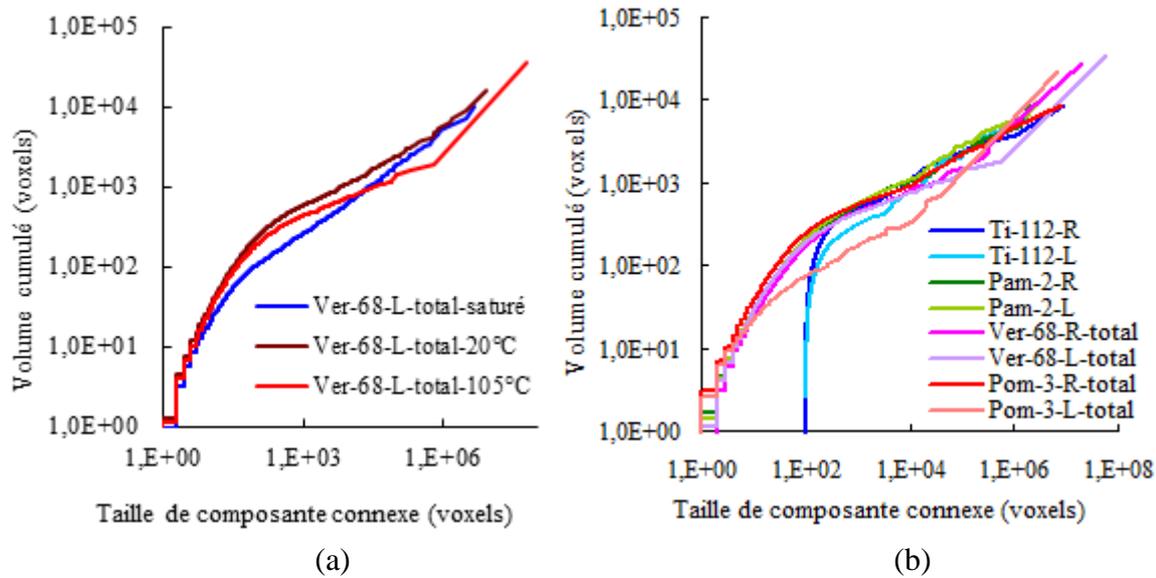


Fig 2.44 Volume cumulé du composant connecté (a) dans un échantillon à différents états de séchage ; (b) dans différents échantillons au même état de séchage

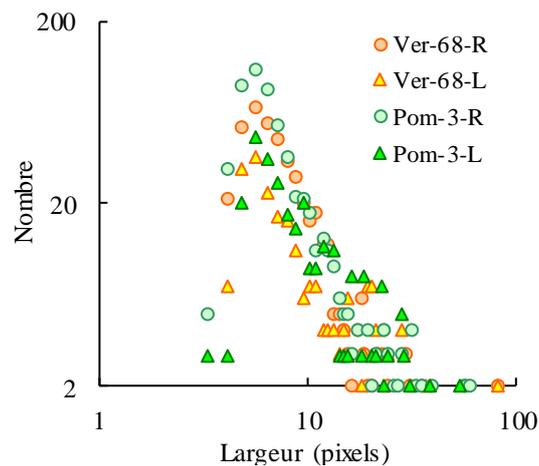


Fig 2.45 Largeur mesurée des fissures

La Fig 2.45 présente la largeur mesurée des fissures dans les éprouvettes avec billes de verre et polyacétal. La largeur du plus grand nombre des fissures se concentre dans la gamme d'environ 5-6 pixels, soit environ 35-42 $\mu$ m. La gamme de distribution de la largeur est principalement à partir d'environ 3 pixels (ce qui indique qu'il est difficile de détecter, ou a minima de segmenter, des fissures de moins de 20  $\mu$ m) à 20-30 pixels. Notons que la largeur peut être un peu surestimée à cause du traitement et de l'analyse d'image. En outre, certaines grandes largeurs peuvent être dues aux défauts ou pores initiaux. Le nombre de largeur de fissure distribué à moins de 10 pixels pour des échantillons avec des billes de surface lisse est inférieur à ceux- avec billes de surface rugueuse. Au contraire, le nombre de fissures dont la largeur est de plus de 10 pixels pour des échantillons avec des billes de surface lisse est un peu plus grand. On peut donc conclure que les fissures dans les éprouvettes avec billes rugueuses sont plus fines que dans les éprouvettes avec billes lisses. En outre, la différence de

largeur de fissures est beaucoup moins évidente entre les éprouvettes avec billes lisses et rugueuses pour des billes de Titane ou de polyamide.

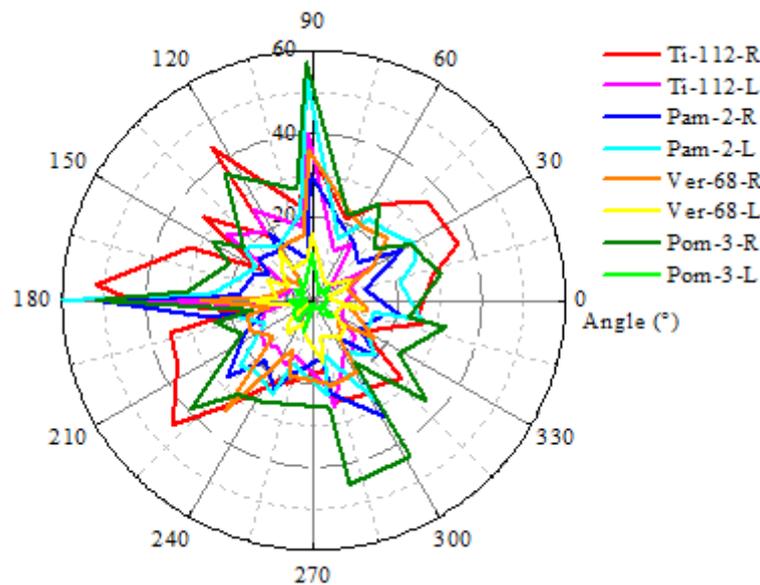


Fig 2.46 Distribution d'orientation des fissures dans différents échantillons

La distribution de l'orientation de longueur des fissures dans le plan de coupe de l'échantillon (comme le processus de séchage est principalement radial) est présentée sur la Fig 2.46. L'orientation est déterminée par la direction du largeur minimal des fissures. Il est à noter que l'extension de fissures dans l'espace tridimensionnel est assez complexe. La surface des fissures n'est pas plate, et l'orientation réelle est difficile à mesurer, de sorte qu'on essaye d'utiliser une représentation qui permet de refléter au mieux une caractéristique de distribution d'orientation des fissures. Cette figure montre une répartition isotrope de la fissuration (ce qui est un résultat attendu tendant à prouver que l'échantillon étudié est représentatif du matériau).

## 2.5 Essais mécaniques menés sur la pâte de ciment

Les expériences de séchage effectuées montrent l'aspect expérimental de la fissuration et les rôles des granulats. Dans cette section, une série d'essais mécaniques est présentée sur la pâte de ciment. Les résultats de ces essais serviront à mettre en évidence le comportement mécanique de la pâte de ciment et seront utilisés pour l'identification des paramètres du modèle dans la partie numérique (chapitre 3). Le dispositif et la procédure expérimentale sont présentés ci-après et les résultats sont analysés.

### 2.5.1 Dispositif et procédure expérimentale

Une série de tests conventionnels de compression triaxiale avec les cycles de chargement et déchargement sont effectuées pour l'échantillon saturé de la pâte de ciment. Le ciment utilisé est un ciment Portland CEM II/B 32,5R et la pâte a un rapport eau sur ciment E/C égal à 0,5. Ce type de ciment est le même que pour les éprouvettes C05, M05 et pour l'éprouvette utilisée dans la partie numérique (voir chapitre 3) permettant d'utiliser ces résultats pour l'identification des paramètres du modèle et pour compléter la connaissance hydromécanique

sur ce matériau. L'objectif est notamment d'obtenir des informations sur le comportement triaxial de ce matériau.

Le diamètre de ces échantillons cylindriques est de 36mm et la hauteur est de 72mm, qui est représentatif de la pâte de ciment. Ces échantillons sont conservés après démoulage au moins 6 mois dans l'eau saturée en chaux à 20°C. La pression de confinement choisie est de 0MPa, 5MPa, 10MPa et 20MPa respectivement. Six essais sous différentes pressions de confinement sont mis en œuvre : deux échantillons pour  $P_c=0\text{MPa}$ , un échantillon pour  $P_c=5\text{MPa}$ , un échantillon pour  $P_c=10\text{MPa}$  et deux échantillons pour  $P_c=20\text{MPa}$ . Bien que le nombre de répétition des tests soit faible, les données obtenues permettront néanmoins d'avoir une approximation relativement bonne des caractéristiques mécaniques de ce matériau.

L'équipement utilisé est conçu par Laboratoire de Mécanique de Lille et se compose principalement d'un système de chargement et un système d'acquisition de données. Le chargement se réalise au moyen d'une cellule triaxiale. C'est un système autonome et auto-compensé permettant d'éliminer la force exercée par la pression de confinement sur le piston, qui est constituée d'une chambre de pression de confinement, une chambre de pression déviateur, un circuit de fluide interstitiel, des capteurs de pression et des pompes. Les 3 pompes indépendantes permettent d'appliquer la pression de confinement, le déviateur et la pression interstitielle si nécessaire. Une vue schématique de l'équipement est illustré sur la Fig 2.47. Pour éviter le contact avec l'huile qui transmet de pression de confinement, l'échantillon est gainé dans une jaquette en viton®. Celui-ci est ensuite fixé sur l'embase de la cellule triaxiale avec deux colliers de serrage. Deux LVDT (plage de mesure de 10mm) sont disposés à 180° sur les deux côtés de l'échantillon pour mesurer la déformation axiale et un collier (plage de mesure de 2.5mm) est disposé à la moitié de la hauteur de l'échantillon pour mesurer la déformation radiale. Le faible défaut de parallélisme des échantillons est corrigé par la mesure moyenne de la déformation axiale de l'échantillon par ces deux LVDT.

Après avoir installé l'éprouvette dans la cellule triaxiale, la pression de confinement est appliquée par l'injection de l'huile jusqu'à la pression désirée, avec une vitesse d'injection de 1mL/s permettant d'assurer un chargement quasi-statique. Ensuite, l'éprouvette est sollicitée axialement en déplacement contrôlé par une vitesse constante de 0.33  $\mu\text{m/s}$  avec des cycles de chargement-déchargement, jusqu'à la rupture. Cette vitesse choisie est cohérente avec l'exigence de chargement quasi-statique également axialement. Des essais de compression simple sont réalisés de la même façon mais en soumettant uniquement au déviateur axial ( $P_c = 0\text{MPa}$ ). Les cycles de chargement-déchargement effectués permettent de suivre l'évolution des propriétés élastiques du matériau en fonction de son endommagement. A peu près trois cycles avant-pic et deux cycles post-pic sont effectués. On attend quelques minutes à la fin de la décharge pour que le déchargement soit effectif et que les valeurs des LVDT soient stables. Les échantillons après test sont montrés sur la Fig 2.48.

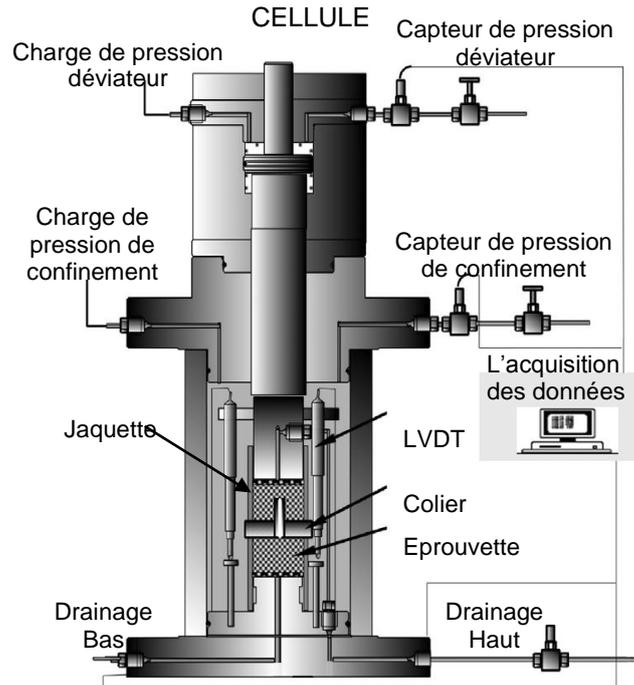


Fig 2.47 Shéma de l'équipement pour l'essai mécanique

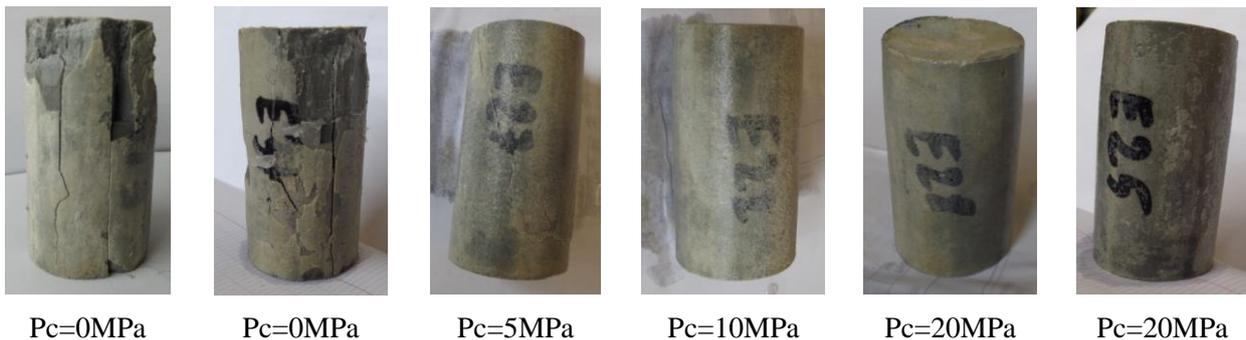
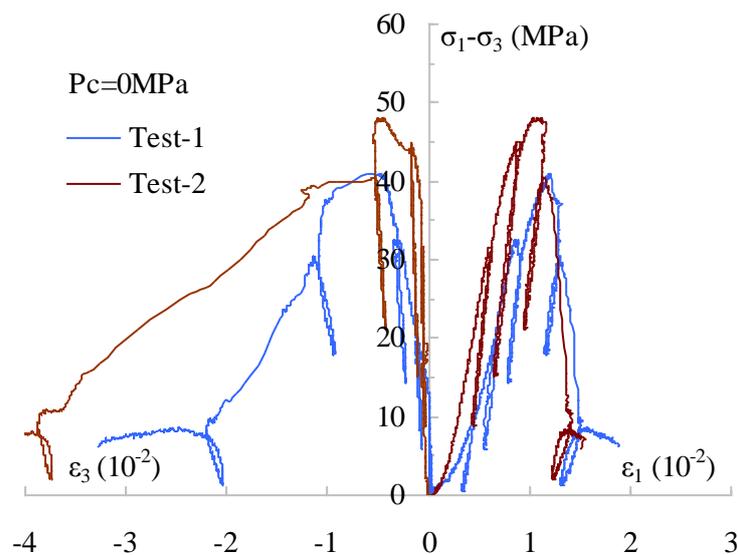


Fig 2.48 Echantillons après test sous différentes pressions de confinement ( $P_c$ )

### 2.5.2 Résultats des essais mécaniques

Les déformations axiales ( $\epsilon_1$ ) et latérales ( $\epsilon_3$ ) en fonction de la contrainte déviatorique ( $\sigma_1 - \sigma_3$ ) sous chaque pression de confinement sont présentées dans la Fig 2.49. Une différence dans les valeurs post-pic de déformations latérales est observée dans deux essais de compression uniaxiale alors que cet écart devient moins évident pour deux tests avec  $P_c = 20\text{MPa}$ . Cette différence est due au fait que, en l'absence de confinement, les fissures créés en raison de la charge axiale peuvent se développer librement et les déformations latérales sont fortement dépendantes du nombre et de la position des fissures principales. Au contraire, dans les tests de laboratoire avec  $P_c = 20\text{MPa}$ , comme la pression de confinement empêche le développement et l'ouverture de ces principales fissures, une fissuration plus homogènement distribuée est obtenue dans l'échantillon et la variabilité dans le régime post-pic est également réduite. Ces études expérimentales soulignent que le comportement mécanique de la pâte de ciment dépend fortement de la pression de confinement appliquée, une transition entre un

comportement fragile et ductile est observée avec l'augmentation de la pression de confinement. Dans l'essai de compression uniaxiale ( $P_c = 0$  MPa), une rupture fragile est observée avec un régime adoucissant important et une faible déformation axiale. Avec l'augmentation de la pression de confinement, une rupture plus ductile est observée et la courbe de contrainte-déformation tend vers un palier. A une pression de confinement relativement élevée, la rupture ductile typique est observée avec un régime plastique et une déformation axiale importante. La déformation plastique semble être le mécanisme dominant par rapport aux endommagements induits. Dans l'essai de compression simple, il existe au début une partie non-linéaire qui est attribuée à la fermeture progressive des microfissures initiales. En outre, il y a une transition des déformations volumiques passant d'une contractance à une dilatance plastique en fonction de la contrainte déviatorique, qui est mise en évidence par l'évolution de la déformation volumique ( $\varepsilon_v$ ) dans un essai à 5MPa de pression de confinement par exemple. Le comportement mécanique de la pâte de ciment est cohérent avec les matériaux quasi-fragiles généraux. Ces résultats sont également cohérents avec les résultats de la littérature (Yurtdas 2004, Burlion 2005) pour les matériaux cimentaires similaires. De plus, ces résultats expérimentaux fournissent des données pour la matrice cimentaire étudiée dans nos travaux.



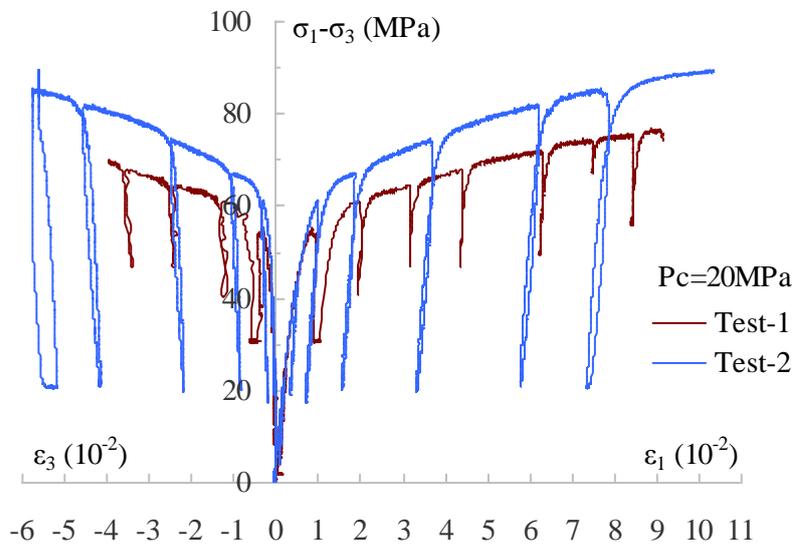
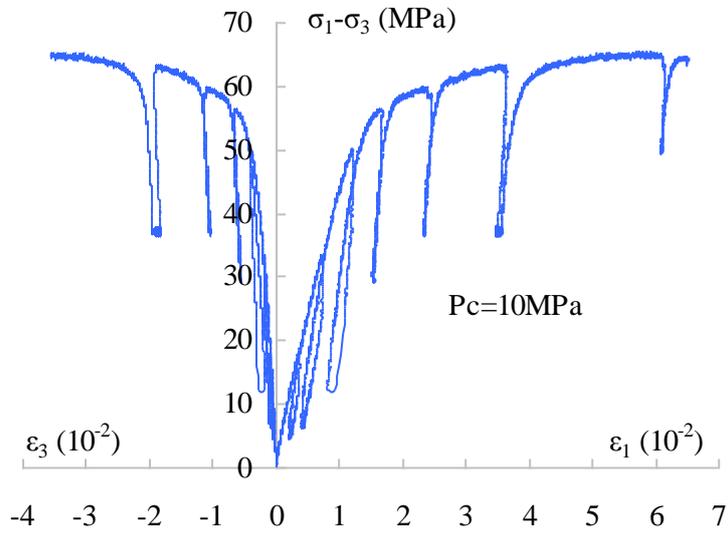
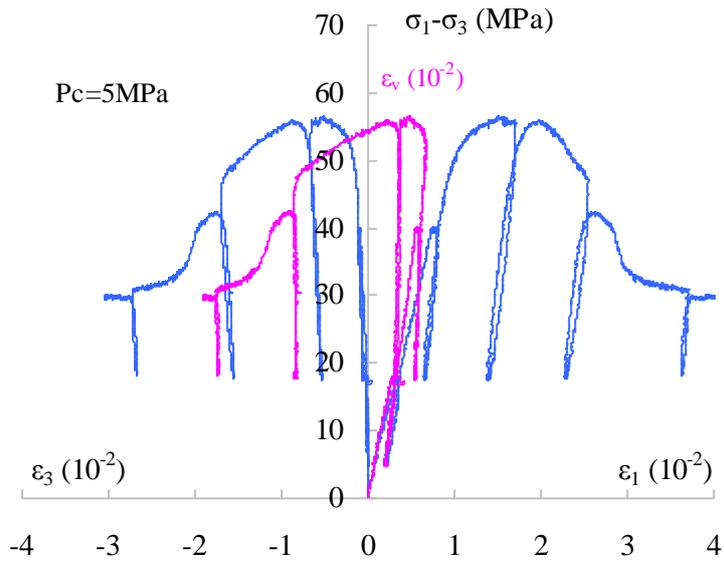


Fig 2.49 Courbes de compressions uniaxiale ( $P_c = 0$  MPa) et triaxiale ( $PC = 5, 10$  et  $20$  MPa)

A partir des courbes de contrainte-déformation avec des cycles de chargement/déchargement, des propriétés élastiques comme le module d'Young et le coefficient de Poisson et leur évolution peuvent être déterminées. Le module d'Young ( $E$ ) est déterminé par la pente sécante de chaque cycle ( $E = \Delta(\sigma_1 - \sigma_3) / \Delta\varepsilon_1$ ). Le coefficient de Poisson ( $\nu$ ) correspond au rapport entre la pente sécante de cycle avec la déformation latérale et la déformation axiale au même stade. Le processus de déchargement est considéré comme élastique. L'évolution du module d'Young de la pâte de ciment en fonction de la déformation axiale sous chaque pression de confinement est montrée dans la Fig 2.50. Le module d'Young augmente au début de la compression. Son gain est plus marqué en pression de confinement faible (ou nulle) qu'en pression de confinement plus haute. En effet, la densification axiale du matériau est plus importante dans le cas uniaxial que triaxial. Dans le cas uniaxial, aucune fissure n'est refermée initialement, mais une grande partie des fissures sont refermées dans le cas de la présence d'une forte pression de confinement et cela limite l'effet densifiant du déviateur. Ensuite, le module d'Young diminue légèrement dans les essais à haute pression de confinement. Néanmoins, il décroît après le pic de compression uniaxiale qui explique le développement de l'endommagement par nucléation et propagation de microfissures. L'évolution du coefficient de Poisson est illustrée dans la Fig 2.51. Il augmente avec le chargement et devient stable. En effet, cette propriété représente également l'état de dégradation mécanique du matériau, qui est considéré comme indicateur de l'état de fissuration. Comme il dépend de la déformation latérale, une augmentation importante du coefficient de Poisson signifie une microfissuration plus importante dans l'orientation de l'axe de la contrainte appliquée.

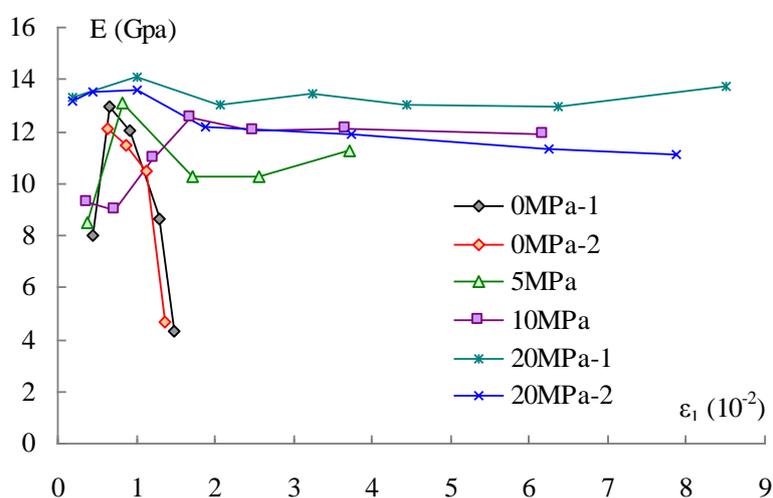


Fig 2.50 Evolution du module d'Young en fonction de la déformation axiale

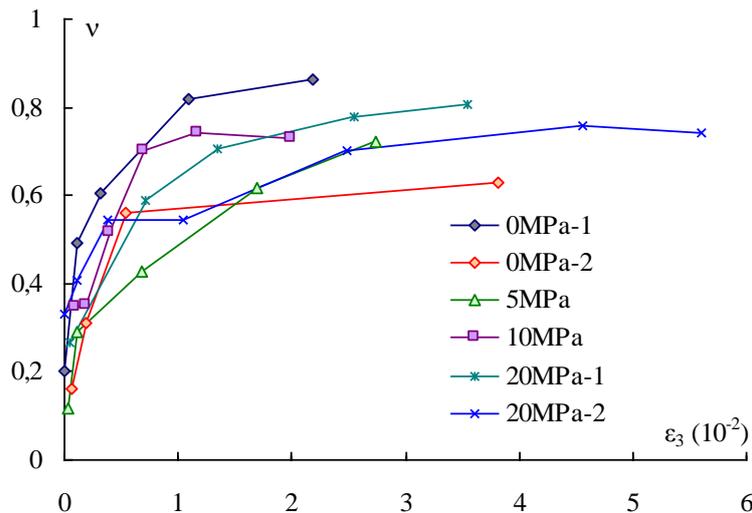


Fig 2.51 Evolution du coefficient de Poisson en fonction de la déformation latérale

## Conclusions

Ce chapitre a permis de présenter l'effet du séchage et la fissuration induite par le séchage dans les matériaux cimentaires avec une approche d'observation microscopique (ou au moins mésoscopique) tridimensionnelle. Les principes de microtomographie par rayon X expliquent la méthode de visualisation pour observer la fissuration au sein de matériaux cimentaires. La procédure classique de traitement d'images microtomographiques est abordée et les informations concernées sont extraites. Les expériences de séchage sont effectuées sur le même échantillon à différents stades de séchage avec la méthode XCMT (qui ne modifie pas la microstructure du matériau). Il est possible d'obtenir beaucoup d'informations sur la microstructure, sa morphologie, la distribution ou l'évolution de la fissuration dans toute la structure avec une grande précision (de l'ordre de la dizaine de micromètres). Les conclusions principales de cette partie d'étude sont les suivantes :

1. Les résultats expérimentaux présentent clairement l'évolution des microfissures dues au retrait de séchage. A partir de l'observation microtomographique, les fissures superficielles et perpendiculaires à la surface apparaissent dans l'éprouvette de la pâte de ciment à cause du gradient hydrique au cours du séchage. En cas de présence des granulats, l'effet local joue un également rôle : le retrait empêché de la matrice cimentaire par leur présence entraîne une fissuration radiale ou circonférentielle autour de ces inclusions. Dans les composites cimentaires avec des billes de diamètre de 2mm, l'effet local est celui qui est dominant, peu de fissures liées à l'effet structurel du gradient hydrique ayant pu être observées. Les fissures sont notamment autour des inclusions rigides et entre les inclusions ou entre les inclusions et la surface de l'échantillon. Elles apparaissent et se développent progressivement avec le processus de séchage. Le degré de fissuration dépend du degré de séchage et des propriétés des inclusions. Pour un séchage modéré ( $T = 20^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{HR} = 12\%$ ), la quantité de fissures est peu élevée et les fissures sont très fines. Avec l'augmentation du niveau de séchage ( $T = 105^{\circ}\text{C}$ ), des fissures sont plus larges et plus longues, améliorant la connectivité de l'espace fissuré.

2. Les propriétés des agrégats peuvent avoir des influences sur le degré de fissuration. La quantité de fissures augmente avec le module d'Young d'inclusion en comparant entre l'éprouvettes avec billes de polyacétal et celles-ci avec billes de verre. Les résultats pour les

éprouvettes avec billes de Titane sont plus complexes à interpréter et une tendance d'augmentation de la fissuration avec le module d'Young ne peut être définitivement tirée (à cause d'artefacts masquant la détection d'une partie de la fissuration en particulier). Les résultats restent globalement cohérents avec la tendance de croissance en comparant uniquement les fissures radiales et pour un niveau de séchage n'impliquant pas de dilatations thermiques différentielles. La rugosité de surface des inclusions est également un facteur important sur la quantité de fissuration détectée. L'interface rugueuse réduit de manière significative le détachement de l'interface et renforce les liens entre les différents composants. Par conséquent, les fissures sont plus fines et plus réparties autour des inclusions. En outre, d'autres propriétés des billes peuvent avoir une influence supplémentaire sur la fissuration (absorption d'eau, gonflement, ...) qui peuvent parfois conduire à des limites dans l'interprétation des résultats.

3. La distribution et l'évolution des fissures dans l'ensemble de l'échantillon sont identifiées et quantifiées par une méthode de segmentation d'image. Une analyse quantitative de certaines caractéristiques comme le volume, la surface, la connectivité, l'orientation et la largeur des fissures est effectuée pour obtenir des informations plus objectives, qui viennent corroborer les résultats qualitatifs issus de l'étude de coupes 2D. L'analyse quantitative des fissures permet de nous donner une preuve complémentaire des différents effets sur le degré de fissuration mesuré.

4. Des essais mécaniques en compression (simple et triaxiale) avec cycles de chargement/déchargement sont effectués. Les résultats mettent en évidence le comportement mécanique de la pâte de ciment, qui est fortement dépendant de la pression de confinement. Des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement par microfissuration sont observés. La transition d'une contractance à une dilatance plastique est constatée. Ces résultats sur le comportement mécanique seront utilisés dans l'étude numérique des effets du séchage et des inclusions sur la fissuration des matériaux à base cimentaire avec inclusions. Ce point est abordé au chapitre suivant.

# Chapitre 3 Modélisation numérique de la fissuration induite par le séchage des matériaux cimentaires

## Introduction

Le chapitre précédent a permis de mettre en évidence un certain nombre de mécanismes liés à l'apparition de la fissuration selon la rigidité et la rugosité des billes dans les composites étudiés. Il est alors proposé de valider numériquement que ces mécanismes peuvent bien expliquer les observations réalisées.

En se basant sur les données expérimentales du chapitre précédent, une loi de comportement est proposée pour la matrice cimentaire dans ce chapitre. Deux mécanismes de dissipation sont pris en compte: la plasticité et l'endommagement. Le modèle sera formulé dans le cadre général de la thermodynamique des processus irréversibles. La procédure d'identification des paramètres et l'implémentation numérique du modèle proposé dans un code d'éléments finis sont ensuite présentées. La comparaison entre résultats numériques et données expérimentales permet d'obtenir la première validation du modèle proposé. Ensuite, en utilisant la mécanique des milieux poreux non saturés, le modèle proposé est étendu à la description du séchage de la pâte de ciment. L'avancement du front de séchage et le développement de la fissuration sont étudiés via les analyses des résultats numériques. Enfin, afin d'étudier l'influence du comportement de la matrice et de la rigidité de l'inclusion sur l'évolution du réseau des fissurations, une série d'études paramétriques est également effectuée.

## 3.1 Formulation d'un modèle élastoplastique couplé à l'endommagement isotrope

Par souci de simplicité et en mettant l'accent sur le comportement hydromécanique des matériaux cimentaires soumis au séchage et par souci de simplicité, un endommagement isotrope est adoptée dans la présente étude. Avec l'hypothèse de petites transformations, le tenseur de déformation totale  $d\underline{\underline{\varepsilon}}$  peut être décomposé en une partie élastique  $d\underline{\underline{\varepsilon}}^e$  et une partie plastique  $d\underline{\underline{\varepsilon}}^p$ :

$$d\underline{\underline{\varepsilon}} = d\underline{\underline{\varepsilon}}^e + d\underline{\underline{\varepsilon}}^p \quad (3.1)$$

Les données expérimentales exhibent que les microfissures développées dans les matériaux cimentaires sont distribuées dans certaines orientations préférentielles et dépendent également du chemin de chargement. En compression, l'endommagement des matériaux cimentaires est relié au glissement le long des surfaces des microfissures, qui est piloté par des déformations de cisaillement. Par contre, l'endommagement de la matrice cimentaire en traction est essentiellement contrôlé par des déformations d'extension. Par conséquent, il convient de définir deux variables scalaires :  $\omega_c$  pour l'endommagement en compression et  $\omega_t$  pour celui en traction. L'effet global de l'endommagement dépend de l'état de fissuration et du chemin de chargement. De plus, le comportement de la matrice cimentaire subit également un

effet unilatéral au passage de l'ouverture à la fermeture des microfissures. En se basant sur les travaux de Mazars (1984), une variable globale d'endommagement  $\omega$  est définie simplement comme suit :

$$\omega = (1 - \alpha_t) \omega_c + \alpha_t \omega_t; \quad \alpha_t = \frac{\|\underline{\underline{\sigma}}^+\|}{\|\underline{\underline{\sigma}}\|} \quad (3.2)$$

Le coefficient  $\alpha_t$  détermine les différents effets de l'endommagement en compression et en traction.  $\underline{\underline{\sigma}}^+$  est le cône positif du tenseur des contraintes (Voyiadjis et al. 2008). Pour un test de compression uniaxiale  $\alpha_t = 0$  tandis  $\alpha_t = 1$  dans un essai de traction uniaxiale.

En considérant les phénomènes de dissipation intrinsèque par l'écoulement plastique et l'endommagement par la propagation de microfissures, les variables d'état choisies sont le tenseur de déformation totale  $\underline{\underline{\varepsilon}}$ , le tenseur de déformation plastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$ , la variable d'endommagement  $\omega$  et la variable interne de l'écrouissage plastique  $\gamma^p$ . On postule l'existence d'un potentiel thermodynamique qui est une fonction des variables d'état. Dans cette étude, l'énergie libre est composée d'une énergie libre élastique du matériau endommagé  $\Psi_e$  et l'énergie bloquée de l'écrouissage plastique  $\Psi_p$  :

$$\Psi(\underline{\underline{\varepsilon}}^e, \gamma^p, \omega) = \Psi_e(\underline{\underline{\varepsilon}}^e, \omega) + \Psi_p(\gamma^p, \omega) \quad (3.3)$$

$$\text{avec} \quad \Psi_e(\underline{\underline{\varepsilon}}^e, \omega) = \frac{1}{2} (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^p) : \underline{\underline{C}}(\omega) : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^p) \quad (3.4)$$

$\underline{\underline{C}}(\omega)$  est le tenseur d'élasticité du matériau endommagé. Dans le cas de matériaux isotropes, le tenseur de rigidité élastique du matériau endommagé  $\underline{\underline{C}}(\omega)$  est écrit sous la forme suivante:

$$\underline{\underline{C}}(\omega) = 2G(\omega)\underline{\underline{K}} + 3K(\omega)\underline{\underline{J}} \quad (3.5)$$

Les deux tenseurs d'ordre 4  $\underline{\underline{K}}$ ,  $\underline{\underline{J}}$  permettent de définir respectivement les parties déviatorique et sphérique d'un tenseur d'ordre 2 et sont définies par:

$$\underline{\underline{J}} = \frac{\underline{\underline{\delta}} \otimes \underline{\underline{\delta}}}{3}, \underline{\underline{K}} = \underline{\underline{I}} - \underline{\underline{J}}, I_{ijkl} = \frac{\delta_{ik}\delta_{jl} + \delta_{il}\delta_{jk}}{2} \quad (3.6)$$

$\underline{\underline{I}}$  est le tenseur unité symétrique d'ordre 4. Les modules drainés de compressibilité  $K(\omega)$  et de cisaillement  $G(\omega)$  du matériau endommagé sont déterminés simplement par les relations suivantes:

$$K(\omega) = K_0(1 - \omega), G(\omega) = G_0(1 - \omega) \quad (3.7)$$

où  $K_0, G_0$  sont les modules drainés de compressibilité et de cisaillement du matériau intact.

La dérivation du potentiel thermodynamique nous donne l'équation d'état :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \underline{\underline{C}}(\omega) : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^p) \quad (3.8)$$

La forme incrémentale de la loi de comportement s'écrit comme suit:

$$d\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}}(\omega) : (d\underline{\underline{\varepsilon}} - d\underline{\underline{\varepsilon}}^p) + \underline{\underline{C}}'(\omega) : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^e) d\omega \quad (3.9)$$

Le tenseur de quatrième ordre  $\underline{\underline{C}}'(\omega)$  est la dérivée du tenseur d'élasticité par rapport aux variables d'endommagement.

Les forces thermodynamiques associées aux variables d'endommagement  $Y_{\omega_c}, Y_{\omega_t}$  est exprimé par :

$$Y_{\omega_c} = -(1 - \alpha_t) \frac{\partial \Psi}{\partial \omega} \quad (3.10)$$

$$Y_{\omega_t} = -\alpha_t \frac{\partial \Psi}{\partial \omega} \quad (3.11)$$

Les processus irréversibles impliqués dans l'écoulement plastique et l'évolution de l'endommagement doivent également satisfaire l'inégalité fondamentale :

$$\sigma : d\underline{\underline{\varepsilon}}^p + Y_{\omega_c} d\omega_c + Y_{\omega_t} d\omega_t - \alpha_p d\gamma^p \geq 0 \quad (3.12)$$

### 3.1.1 Critères d'endommagement

Dans le cas de la thermodynamique des processus irréversibles, l'évolution de l'endommagement est déterminée à partir d'un pseudo-potentiel de dissipation. Dans le cas de dissipation non-visqueuse, le potentiel de dissipation devient une fonction indicatrice définie par un critère d'endommagement. Ce critère est une fonction à valeur scalaire des forces thermodynamiques associées aux variables d'endommagement. La forme générale du critère d'endommagement en compression et en traction peut être exprimée comme suit :

$$f_{\omega_c}(Y_{\omega_c}, \omega_c) = Y_{\omega_c} - r_c(\omega_c) = 0, \quad f_{\omega_t}(Y_{\omega_t}, \omega_t) = Y_{\omega_t} - r_t(\omega_t) = 0 \quad (3.13)$$

$r_c(\omega_c), r_t(\omega_t)$  représentent la ténacité du matériau à l'endommagement respectivement en traction et en compression. En utilisant la règle de normalité, les taux d'endommagement sont déterminés par :

$$d\omega_c = d\lambda_{\omega_c} \frac{\partial f_{\omega_c}}{\partial Y_{\omega_c}}, \quad d\omega_t = d\lambda_{\omega_t} \frac{\partial f_{\omega_t}}{\partial Y_{\omega_t}} \quad (3.14)$$

Les multipliers de l'endommagement  $d\omega_c, d\omega_t$  peuvent être déterminés par les conditions de chargement-déchargement :

$$f_{\omega_c}(Y_{\omega_c}, \omega_c) = 0, d\lambda_{\omega_c} \geq 0, f_{\omega_c}(Y_{\omega_c}, \omega_c) d\lambda_{\omega_c} = 0 \quad (3.15)$$

$$f_{\omega_t}(Y_{\omega_t}, \omega_t) = 0, d\lambda_{\omega_t} \geq 0, f_{\omega_t}(Y_{\omega_t}, \omega_t) d\lambda_{\omega_t} = 0 \quad (3.16)$$

En absence de la plasticité, les multiplicateurs de l'endommagement sont déterminés par les conditions de cohérence  $df_{\omega_c} = 0, df_{\omega_t} = 0$  :

$$d\lambda_{\omega_c} = \frac{\frac{dY_{\omega_c}}{\partial r_c(\omega_c)} \frac{\partial f_{\omega_c}}{\partial Y_{\omega_c}}}{\frac{\partial \omega_c}{\partial Y_{\omega_c}}}, \quad d\lambda_{\omega_t} = \frac{\frac{dY_{\omega_t}}{\partial r_t(\omega_t)} \frac{\partial f_{\omega_t}}{\partial Y_{\omega_t}}}{\frac{\partial \omega_t}{\partial Y_{\omega_t}}} \quad (3.17)$$

### 3.1.2 Caractérisation de la plasticité

Le mécanisme de déformation plastique est un mécanisme de dissipation commun pour la plupart des géomatériaux. Dans le cas d'un comportement indépendant du temps, l'évolution de la déformation plastique est définie par une surface de charge, la loi d'écrouissage et le potentiel plastique. Pour les matériaux isotropes, la surface de charge et le potentiel plastique doivent dépendre de l'état de contraintes  $\underline{\underline{\sigma}}$ , de la variable d'écrouissage  $\alpha_p$  et de l'endommagement  $\omega$  :

$$f_p(\underline{\underline{\sigma}}, \alpha_p, \omega) \leq 0 \quad (3.18)$$

$$Q_p(\underline{\underline{\sigma}}, \alpha_p, \omega) = 0 \quad (3.19)$$

La loi d'écrouissage est obtenue par la dérivation du potentiel thermodynamique par rapport à la variable d'écrouissage plastique :

$$\alpha_p(\gamma^p, \omega) = \frac{\partial \Psi}{\partial \gamma^p} = \frac{\partial \Psi_p(\gamma^p, \omega)}{\partial \gamma^p} \quad (3.20)$$

Un potentiel plastique non associé est souvent nécessaire pour décrire la transition de la contractance à la dilatance plastique observée, la loi d'écoulement plastique et les conditions de chargement-déchargement sont exprimées par :

$$d\underline{\underline{\varepsilon}}^p = d\lambda_p \frac{\partial Q_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (3.21)$$

$$f_p(\underline{\underline{\sigma}}, \alpha_p, \omega) = 0, d\lambda_p \geq 0, f_p(\underline{\underline{\sigma}}, \alpha_p, \omega) d\lambda_p = 0 \quad (3.22)$$

En l'absence d'évolution de l'endommagement  $d\omega = 0$ , le multiplicateur plastique  $d\lambda_p$  est donc déterminé par la condition de cohérence plastique  $df_p = 0$  :

$$d\lambda_p = \frac{\frac{\partial f_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{C}}(\omega) : d\underline{\underline{\varepsilon}}}{\frac{\partial f_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{C}}(\omega) : \frac{\partial Q_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} - \frac{\partial f_p}{\partial \alpha_p} \frac{\partial \alpha_p}{\partial \gamma^p} \left( \frac{\partial \gamma^p}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^p} : \frac{\partial Q_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \right)} \quad (3.23)$$

### 3.1.3 Couplage entre la plasticité et l'endommagement

Dans les conditions générales de chargement, la plasticité et l'endommagement sont couplés. Dans ce cas, les évolutions de la déformation plastique et de l'endommagement sont déterminées simultanément.

$$\begin{cases} dY_{\omega_c} - d\lambda_{\omega_c} \frac{\partial r_c(\omega_c)}{\partial \omega_c} \frac{\partial f_{\omega_c}}{\partial Y_{\omega_c}} = 0 \\ dY_{\omega_t} - d\lambda_{\omega_t} \frac{\partial r_t(\omega_t)}{\partial \omega_t} \frac{\partial f_{\omega_t}}{\partial Y_{\omega_t}} = 0 \\ \frac{\partial f_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : d\underline{\underline{\sigma}} + \frac{\partial f_p}{\partial \omega} : d\omega + \frac{\partial f_p}{\partial \alpha_p} d\alpha_p = 0 \end{cases} \quad (3.24)$$

## 3.2 Présentation du modèle spécifique

En se basant sur les observations expérimentales, une loi de comportement élastoplastique endommageable est proposée pour le matériau étudié.

### 3.2.1 Critères d'endommagement

Selon le cadre thermodynamique présenté ci-dessus, les deux critères d'endommagement doivent être définis en fonction des forces thermodynamiques. Cependant, afin de faciliter l'identification des paramètres et de mieux traduire les phénomènes physiques observés, on adopte une approche plus pragmatique : l'évolution de l'endommagement est contrôlée par une force motrice identifiée expérimentalement. En se basant sur les données expérimentales et inspirés par le modèle d'endommagement proposé par Mazars (1984), les critères suivants sont proposés pour les évolutions de l'endommagement en traction et de l'endommagement en compression :

$$f_{\omega_t} = \omega_t - \left( 1 - \frac{1}{\exp(B_t Y_{\omega_t})} \right) = 0 \quad (3.25)$$

$$f_{\omega_c} = \omega_c - \left( 1 - \frac{1}{\exp(B_c Y_{\omega_c})} \right) = 0 \quad (3.26)$$

Le paramètre  $B_c$  contrôle la cinétique d'endommagement en compression et le paramètre  $B_t$  caractérise l'évolution de l'endommagement en traction. Les variables d'endommagement, dans les conditions de chargement de traction et compression, sont contrôlées respectivement par deux forces motrices ( $Y_{\omega_t}$ ,  $Y_{\omega_c}$ ) qui sont proposées pour la description de l'endommagement en compression et en traction, respectivement:

$$Y_{\omega} = 2 \sqrt{\sum_{i=1}^3 \langle \varepsilon_i \rangle^2} \quad (3.27)$$

$$Y_{\omega} = \int \sqrt{\frac{2}{3} d\underline{\underline{e}} : d\underline{\underline{e}}} / \chi_d ; d\underline{\underline{e}} = d\underline{\underline{\varepsilon}} - \left( \text{tr} \frac{d\underline{\underline{\varepsilon}}}{3} \right) \underline{\underline{\delta}} ; \chi_d = \frac{\langle p - q/3 - p_r \rangle + p_r}{p_r} \quad (3.28)$$

$$p = \frac{\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}^{pl})}{3}, q = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}}, \underline{\underline{s}} = \underline{\underline{\sigma}}^{pl} - \frac{\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}^{pl})}{3} \underline{\underline{\delta}} \quad (3.29)$$

où  $\varepsilon_i$  ( $i=1, 2, 3$ ) désigne les trois composantes principales des contraintes. Le crochet en chevrons signifie que seule la valeur positive sera considérée:  $\langle x \rangle = 0$  si  $x \leq 0$  et  $\langle x \rangle = x$  si  $x > 0$ . La fonction  $\chi_d$  est introduite pour mieux décrire la forte sensibilité à la pression de l'endommagement dans le matériau étudié.  $p$  est la contrainte moyenne et  $q$  désigne la contrainte déviatorique équivalente.  $\underline{\underline{s}}$  est le tenseur déviatorique des contraintes plastiques effectives. Le paramètre  $p_r = 1MPa$  est pris en compte comme une contrainte de référence pour rendre la fonction sans dimension.

### 3.2.2 Formulation de la plasticité

Afin de tenir compte de la forte dépendance de la pression de confinement sur le comportement plastique (Jamet et al. 1984), une surface de charge non linéaire est généralement nécessaire. Inspiré par les travaux antérieurs de Pietruszczak et al. (1988) et Zhou et al. (2013), une surface de charge courbée est employée pour les matériaux cimentaires :

$$F_p(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p, \omega) = q - \alpha(\gamma^p) \left( -c_1 + \sqrt{c_1^2 + 4c_2 \left( c_3 - \frac{p}{f_c(\omega)} \right)} \right) \frac{f_c(\omega)}{c_2} = 0 \quad (3.30)$$

$f_c$  représente la résistance à la compression uniaxiale du matériau cimentaire; les trois constants  $c_1, c_2, c_3$  définissent la courbure de la surface de charge. Pour décrire l'effet de l'endommagement sur la résistance mécanique, on suppose que la résistance à la compression uniaxiale du matériau diminue avec l'endommagement induit. Par raison de simplicité, la relation linéaire suivante est proposée:

$$f_c(\omega) = (1 - \omega) f_{c0} \quad (3.31)$$

$f_{c0}$  désigne la résistance à la compression uniaxiale du matériau intact. Par conséquent, l'équation précédente permet de décrire le comportement adoucissant du matériau.

L'évolution de la surface de charge est contrôlée par la loi d'érouissage plastique, qui augmente avec la distorsion plastique  $\gamma^p$ . Basée sur des données expérimentales représentatives et inspirée par les travaux de Chiarelli (Chiarelli et al. 2003), la loi d'érouissage plastique suivante est utilisée:

$$\alpha(\gamma^p) = 1 - e^{-B\gamma^p} \quad (3.32)$$

$$\gamma^p = \int \sqrt{\frac{2}{3} d\underline{\underline{e}}^p : d\underline{\underline{e}}^p} / \chi_p, d\underline{\underline{e}}^p = d\underline{\underline{\varepsilon}}^p - \frac{tr(d\underline{\underline{\varepsilon}}^p)}{3} \underline{\underline{\delta}}; \chi_p = \frac{\langle -p - q/3 \rangle + p_r}{p_r} \quad (3.33)$$

La loi d'érouissage plastique  $\alpha$  varie de 0 à 1. La surface de rupture est atteinte lorsque  $\alpha \rightarrow 1$ . Le paramètre du modèle  $B$  contrôle la cinétique de l'érouissage plastique. La fonction est introduite pour mieux décrire la forte sensibilité à la pression de confinement de l'érouissage plastique dans les matériaux cimentaires.

Comme l'ont montré de nombreux résultats expérimentaux obtenus, nous remarquons une transition contractance/dilatance avec l'augmentation de la contrainte déviatorique. Il convient alors de choisir une loi non associée, en choisissant un potentiel plastique adéquat. Parmi les différents modèles existants, on adopte ici le potentiel plastique suivant (Shao et al. 2006, Jia et al. 2010):

$$Q_p(\underline{\underline{\sigma}}, \gamma^p, \omega) = q - \eta(-p + c_3 f_c(\omega)) \ln\left(\frac{-p + c_3 f_c(\omega)}{I_0}\right) = 0 \quad (3.34)$$

La variable  $I_0$  définit géométriquement l'intersection actuelle du potentiel plastique et l'axe  $p$ . La frontière entre le domaine de contractance et de dilatance est définie par la condition  $\partial Q_p / \partial p = 0$ , qui est exprimée comme suit :

$$F_s = q - \eta(-p + c_3 f_c(\omega)) = 0 \quad (3.35)$$

Le paramètre  $\eta$  définit la pente de la frontière entre le domaine de contractance et de dilatance dans le plan  $p - q$ .

### 3.2.3 Couplage de l'endommagement et la plasticité

Dans les conditions générales de chargement, la plasticité et l'endommagement sont couplés. De ce fait, il convient de définir les évolutions de la déformation plastique et de l'endommagement simultanément. Un algorithme couplé est alors nécessaire à chaque point de matériel pour la détermination des évolutions de la déformation plastique et l'endommagement. Cependant, du fait que l'endommagement est relié aux déformations totales dans le modèle proposé, l'évolution de l'endommagement peut être déterminée en premier temps au début de chaque étape. Une simplification est adoptée pour le coefficient  $\alpha_i$  dans cette étude:  $\alpha_i$  est calculé à partir des contraintes obtenues dans l'étape précédente. Ensuite, l'algorithme classique de la correction plastique est utilisé. Le multiplicateur plastique  $d\lambda_p$  est déterminé par la condition de cohérence plastique  $dF_p = 0$  :

$$\frac{\partial F_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : d\underline{\underline{\sigma}} + \frac{\partial F_p}{\partial \omega} : d\omega + \frac{\partial F_p}{\partial \alpha_p} d\alpha_p = 0 \quad (3.36)$$

$$d\lambda_p = \frac{\frac{\partial F_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{C}}(\omega) : d\underline{\underline{\varepsilon}} + \frac{\partial F_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{C}}'(\omega) : \underline{\underline{\varepsilon}}^e d\omega}{\frac{\partial F_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{C}}(\omega) : \frac{\partial Q_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} - \frac{\partial F_p}{\partial \alpha_p} \frac{\partial \alpha_p}{\partial \gamma^p} \left( \frac{\partial \gamma^p}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^p} : \frac{\partial Q_p}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \right)} \quad (3.37)$$

La mise en œuvre du modèle proposé dans un code de calcul par éléments finis est ici présentée. Dans ce code, à chaque pas, un incrément de déformation totale est donné à chaque point de Gauss. Les incréments correspondants de contraintes, de déformations plastiques et d'endommagement sont calculés en utilisant les équations constitutives et les conditions de chargement/déchargement. Après une prédiction élastique triviale, on vérifie les critères de plasticité et d'endommagement selon les conditions de chargement/déchargement. Si besoin, cet état est corrigé par la condition de cohérence. La procédure de calcul général pour la  $k^{th}$  itération est donnée ci-dessous (Fig 3.1):

1. Importation de  $\underline{\underline{\sigma}}^{(k-1)}, \underline{\underline{\varepsilon}}^{(k-1)}, \omega^{(k-1)}, \underline{\underline{\varepsilon}}^{e(k-1)}, \gamma^{p(k-1)}$  et  $d\underline{\underline{\varepsilon}}^{(k)}$  à partir de l'itération précédente  $k$ .
2. Incrément de déformation :  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{(k)} = \underline{\underline{\varepsilon}}^{(k-1)} + d\underline{\underline{\varepsilon}}^{(k)}$
3. Estimation élastique des contraintes et des déformations élastiques:  
 $d\underline{\underline{\tilde{\sigma}}}^{(k)} = \underline{\underline{C}}(\omega^{(k-1)}) : d\underline{\underline{\varepsilon}}^{(k)}, \underline{\underline{\tilde{\sigma}}}^{(k)} = \underline{\underline{\sigma}}^{(k-1)} + d\underline{\underline{\tilde{\sigma}}}^{(k)}, \underline{\underline{\tilde{\varepsilon}}}^{e(k)} = \underline{\underline{\varepsilon}}^{e(k-1)} + d\underline{\underline{\varepsilon}}^{(k)}$
4. Correction de l'endommagement et mise à jour des variables d'endommagement : en rapportant les valeurs actuelles de  $Y_{\omega_c}^{(k)}, Y_{\omega_t}^{(k)}$  dans les critères d'endommagement (équation 3.25 ; 3.26), les valeurs actuelles de l'endommagement  $\omega_t^{(k)}, \omega_c^{(k)}$  sont obtenues ;
5. Vérification de la surface de charge  $F_p$  :
  - Si  $F_p \leq 0$ , les contraintes appliquées se trouvent entièrement à l'intérieur du domaine élastique ou correspondent à un déchargement élastique. Il n'y a pas d'écoulement plastique et nous avons alors:  $d\lambda_p = 0$  et  $d\lambda_\omega = 0$  ;
  - Si  $F_p > 0$ , le mécanisme plastique est activé. Le multiplicateur  $d\lambda_p > 0$  est déterminé par l'équation (3.23).
6. Calcul de l'incrément des déformations plastiques  $d\underline{\underline{\varepsilon}}^{p(k)}$  et mise à jour des valeurs actuelles des déformations plastiques et de la variable de la loi d'écrouissage.
7. Calcul de l'incrément des contraintes à partir de l'équation (3.9) et mise à jour des valeurs actuelles des contraintes.
8. Vérification de l'équilibre mécanique.

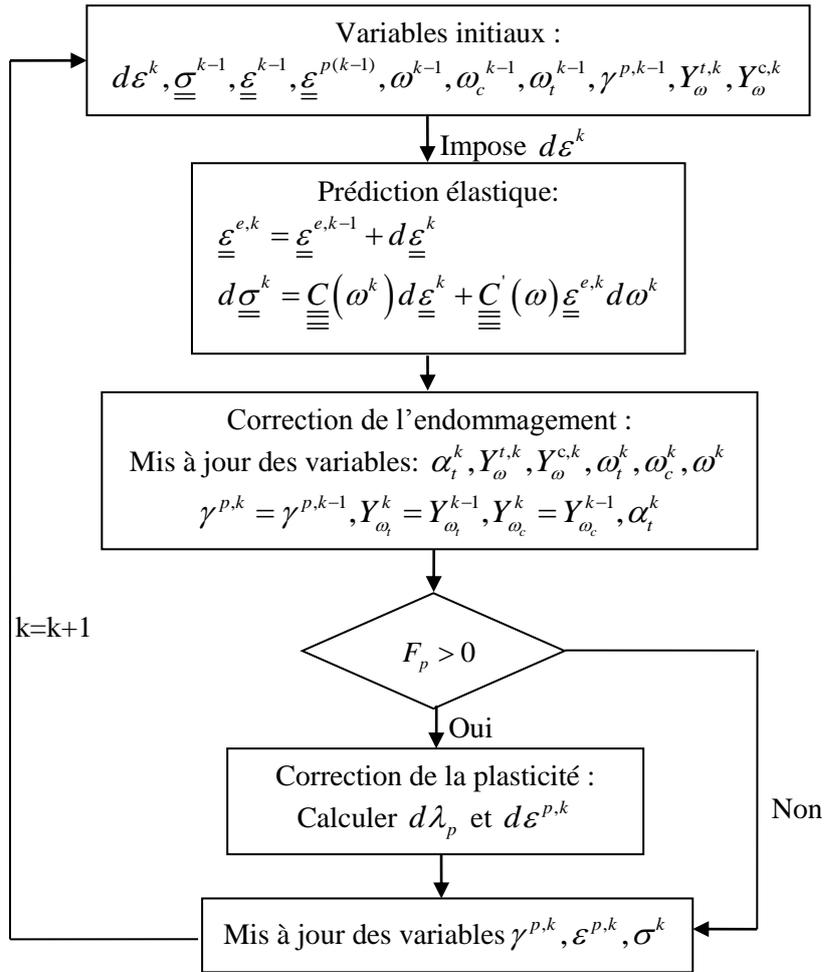


Fig 3.1 Organigramme de mise en œuvre numérique du modèle proposé pour la k<sup>ème</sup> étape

### 3.2.4 Identification des paramètres du modèle proposé

Les paramètres du modèle proposé sont déterminés à partir des essais de compression triaxiale cyclique sous différentes pressions de confinement.

- Paramètres élastiques ( $E, \nu$ )

Le module d'Young ( $E$ ) et le coefficient de Poisson ( $\nu$ ) peuvent être déterminés à partir du premier cycle de chargement/déchargement des essais de compression triaxiale, ou la partie linéaire de la courbe de contrainte-déformation. Le module d'Young est calculé avec la déformation axiale. Le coefficient de Poisson correspond au rapport entre la déformation latérale et la déformation axiale à la même contrainte appliquée.

$$E = \frac{\Delta\sigma_{11}}{\Delta\varepsilon_{11}}, \quad \nu = -\frac{\Delta\varepsilon_{33}}{\Delta\varepsilon_{11}} \quad (3.38)$$

Le module de cisaillement et le module de compressibilité peuvent être déterminés à partir des relations suivantes :

$$K_b = \frac{E}{3(1-2\nu)}, \quad \mu_b = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (3.39)$$

- Paramètres plastiques ( $c_1, c_2, c_3, f_c, B, \eta$ )

Les trois constantes  $c_1, c_2, c_3$  qui définissent la courbure de la surface de charge peuvent être déterminées en traçant les contraintes au pic obtenues dans une série d'essais en compression triaxiale sous différentes pressions de confinement dans le plan  $p$ - $q$ , qui sont illustrées dans la Fig 3.2 pour la pâte de ciment.  $f_c$  peut être déterminée en utilisant la valeur du déviateur de contraintes au pic d'un essai de compression uniaxiale. Le paramètre  $B$  qui contrôle la cinétique de l'écroutissage plastique peut être déterminé en calculant  $\alpha(\gamma^p)$  par rapport à  $\gamma^p$  pour les points sélectionnés sur les courbes de contrainte-déformation dans un essai de compression uniaxiale. Le paramètre  $\eta$  qui définit la ligne de transition peut être déterminé en traçant l'état de contrainte au point de transition volumétrique de la contractance à la dilatance sur le plan  $p$ - $q$ .

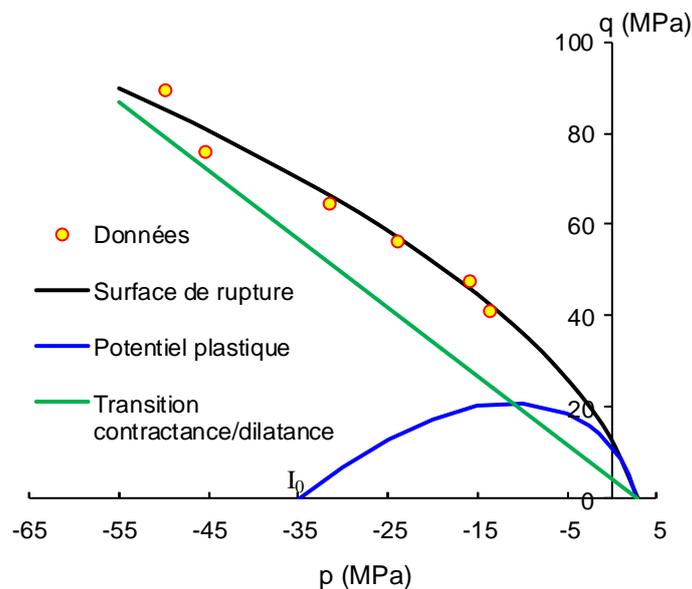


Fig 3.2 Surface de rupture pour la pâte de ciment

- Paramètres d'endommagement ( $B_c, B_t$ )

Le paramètre  $B_c$  contrôle la cinétique d'endommagement à la compression et peut être déterminée en utilisant les données d'un essai de compression uniaxiale. Le paramètre  $B_t$  caractérise l'évolution de l'endommagement à la traction et peut être identifié à partir d'un essai de traction uniaxiale. Notons qu'il y a une transition fragile/ductile des comportements mécaniques avec l'augmentation de la pression de confinement pour la pâte de ciment. De ce point de vue, le paramètre  $B_c$  est une variable en fonction de la pression de confinement.

Les valeurs représentatives des paramètres du modèle pour les matériaux étudiés sont résumées dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 Valeurs représentatives des paramètres du modèle pour la pâte de ciment

Paramètres	Elastiques initiaux	Plastiques	Endommagements
	$E=14000\text{MPa}$	$c_1=0.16$	$B_f=130$
	$\nu=0.25$	$c_2=0.243$	$B_c=15$
Valeurs		$c_3=0.07$	
		$f_{c0}=45\text{MPa}$	
		$\eta=1.5$	
		$B=400$	

### 3.2.5 Simulation numérique des essais triaxiaux

En utilisant l'algorithme proposé ci-dessus, le modèle est implémenté dans un code de calcul par éléments finis, noté THMC-PASA du LML. Ce programme est développé pour résoudre des problèmes de couplage thermo-hydro-mécanique des milieux poreux saturés et partiellement saturés.

Pour tester la capacité du modèle à reproduire le comportement mécanique de la pâte de ciment, un essai en traction uniaxiale et quatre essais en compression triaxiale sont simulés en utilisant les paramètres déterminés. La simulation d'un essai en traction simple est présentée dans la Fig 3.3. Comme aucun essai de traction simple n'est effectué, on a supposé que la résistance à la traction est de  $1/10^{\text{ème}}$  de sa résistance à la compression, i.e. 4.5MPa. Dans la Fig 3.4, quatre essais de compression triaxiale réalisés avec différentes valeurs de pression de confinement sont présentées. En général, une bonne concordance est obtenue entre les simulations numériques et les données expérimentales. Par conséquent, le modèle proposé est capable de décrire de façon satisfaisante les principales caractéristiques du comportement du matériau cimentaire : déformation élastoplastique, effet de confinement sur la contrainte au pic, endommagement du matériau sous contraintes de traction et de compression, etc. Du fait que ces essais sont utilisés pour déterminer les paramètres du modèle, ces comparaisons représentent d'abord une vérification de la cohérence des paramètres. Dans la section suivante, le modèle proposé sera utilisé pour étudier le processus de séchage dans une éprouvette de matériau cimentaire.

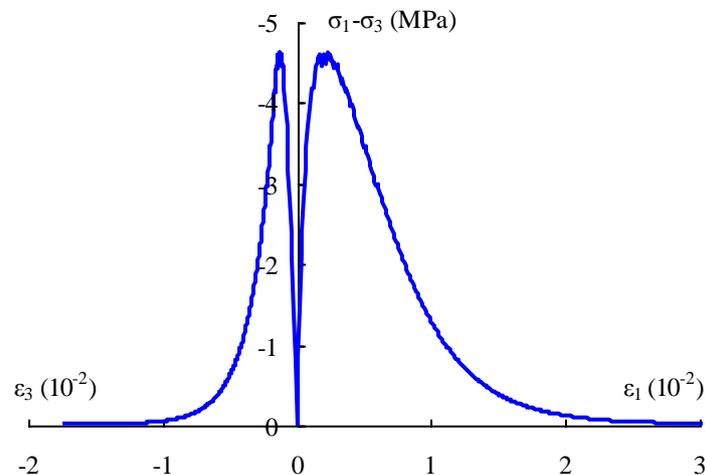
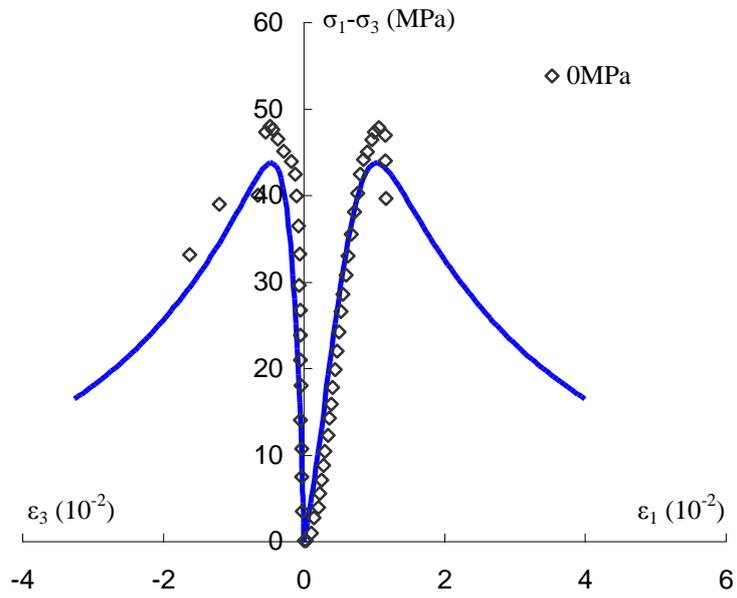
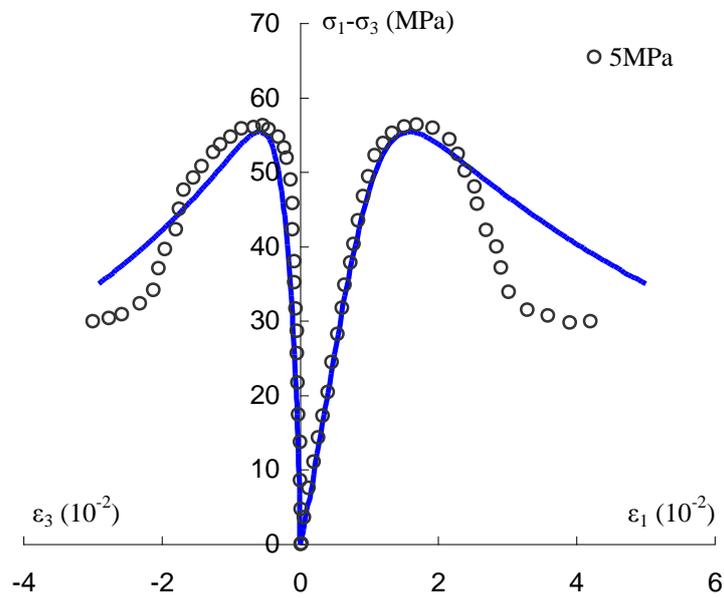


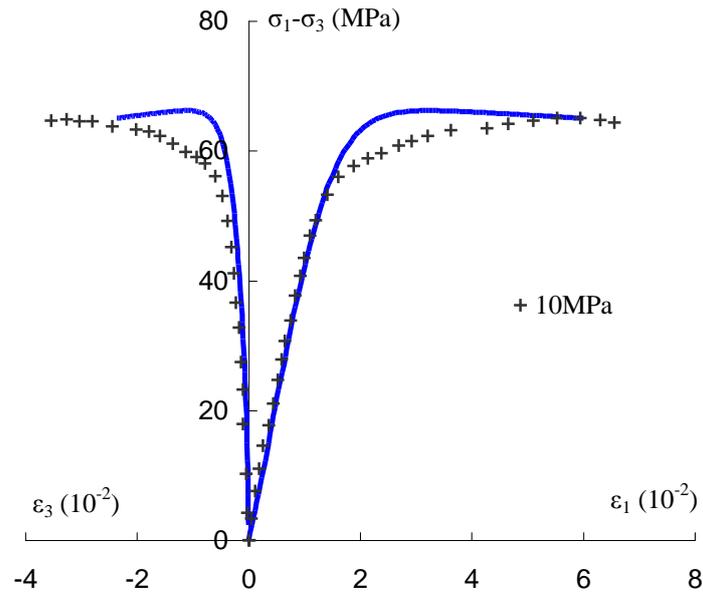
Fig 3.3 Simulation numérique pour un essai de traction uniaxiale



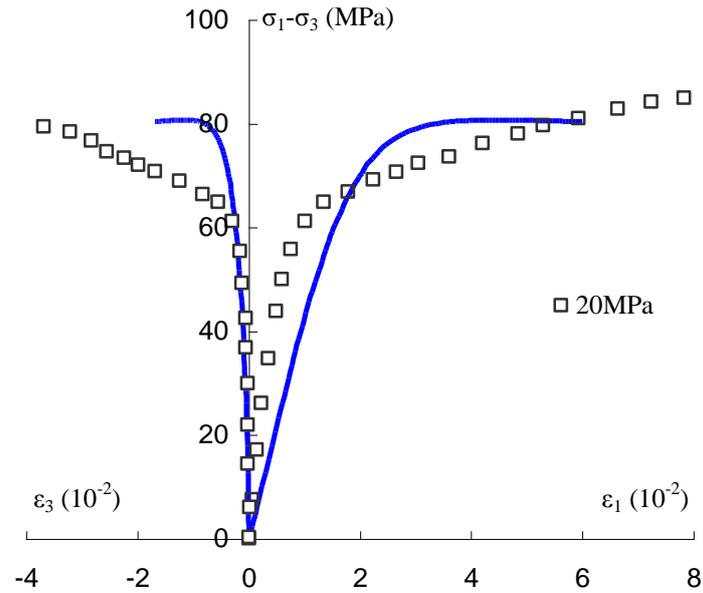
(a) pression de confinement : 0MPa



(b) pression de confinement : 5MPa



(c) pression de confinement : 10MPa



(d) pression de confinement : 20MPa

Fig 3.4 Comparaison entre la simulation numérique (lignes continues) et les données d'essais (points) sous chaque pression de confinement

### 3.2.6 Influence des paramètres

Dans cette section, nous allons étudier les influences de certains paramètres sur la réponse mécanique du matériau, notamment ceux qui contrôlent l'évolution de la déformation plastique et de l'endommagement.

#### Paramètre B

Le paramètre  $B$  contrôle la cinétique de l'écroutissement plastique. La valeur de la fonction d'écroutissement plastique est plus grande avec une valeur de  $B$  plus grande, ce qui signifie une cinétique plus rapide. C'est-à-dire, plus la valeur de  $B$  est grande, plus tôt l'échantillon atteint la contrainte, donc le matériau est plus fragile. Cela correspond à moins de déformations plastiques générées avant la rupture du matériau. Puisque l'évolution de l'endommagement est liée essentiellement à la déformation totale, l'endommagement avec la valeur de  $B$  plus grande deviendra moins important, la résistance au pic est alors plus élevée. Ces influences sont montrées sur la Fig 3.5.

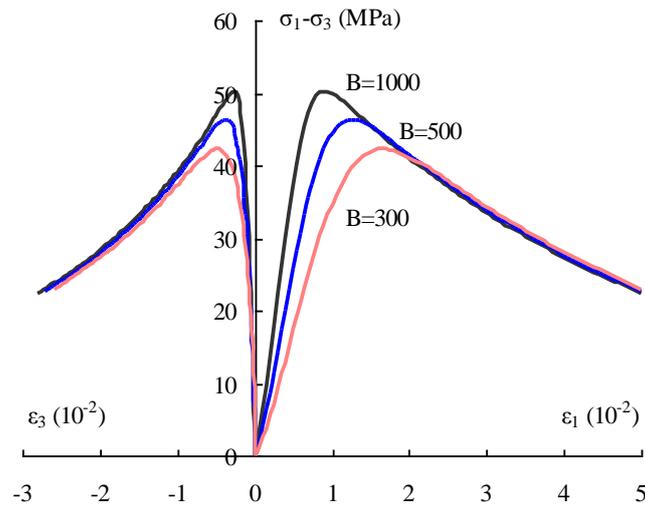


Fig 3.5 Influence de  $B$  sur la réponse mécanique en compression uniaxiale

### Paramètre $\eta$

Le paramètre  $\eta$  définit la ligne de transition de la contractance à la dilatance volumique plastique. L'influence de ce paramètre sur la déformation volumique est montrée dans la Fig 3.6. On peut voir que, plus  $\eta$  est grand, plus tard la dilatance plastique apparaît. Lorsque ce paramètre dépasse une certaine valeur, le matériau reste toujours dans le régime contractant.

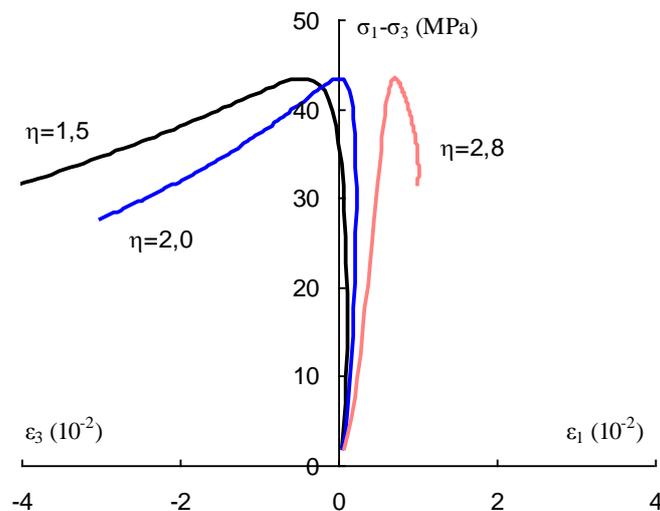


Fig 3.6 Influence de  $\eta$  sur la réponse mécanique en compression uniaxiale

### Paramètres $B_c$ , $B_t$

Les paramètres  $B_c$  et  $B_t$  contrôlent la cinétique d'endommagement à la compression et à la traction respectivement. La Fig 3.7 et Fig 3.8 montrent l'influence de ces paramètres. Une grande valeur de  $B_c$  ou  $B_t$  entraîne une vitesse plus rapide de l'évolution de l'endommagement, ce qui signifie que le comportement du matériau est plus fragile. Ces paramètres ont également une influence importante sur la résistance du matériau. Plus la valeur est élevée, plus la résistance est faible.

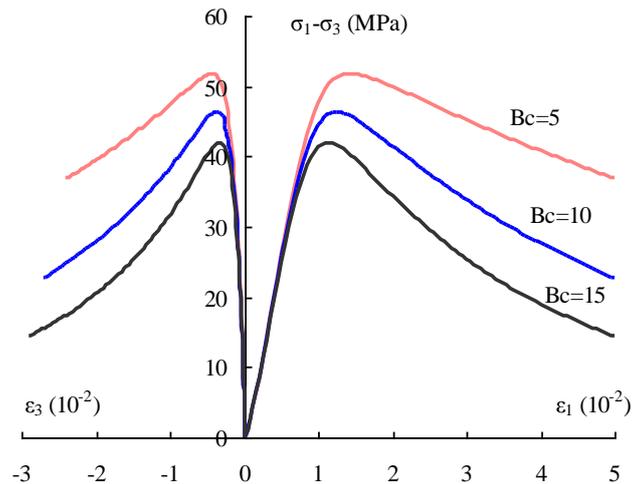


Fig 3.7 Influence de  $B_c$  sur la réponse mécanique en compression uniaxiale

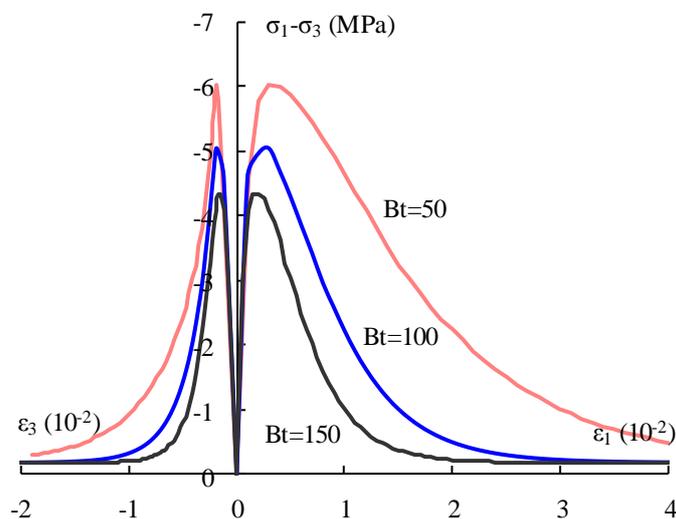


Fig 3.8 Influence de  $B_t$  sur la réponse mécanique en traction uniaxiale

### 3.3 Simulation numérique du processus de séchage

Le modèle proposé sera utilisé dans cette section pour la description du comportement de la pâte de ciment pendant le séchage. Une éprouvette de matériau cimentaire soumis à la dessiccation est simulée. En raison de sa faible perméabilité, le processus de désaturation est relativement lent dans la pâte de ciment. Par conséquent, un gradient hydraulique élevé est

généralisé dans la pâte de ciment. Cette distribution non uniforme de l'humidité peut induire un retrait différentiel qui conduit à une distribution de contraintes sensiblement hétérogène pendant la période transitoire ainsi que des contraintes de traction. Il y a donc l'apparition et la propagation des microfissures dans le matériau. En outre, une augmentation locale de la perméabilité sera créée dans la zone de l'endommagement. De ce fait, l'échantillon cylindrique doit être considéré comme une véritable structure afin de comprendre la cinétique du comportement hydromécanique d'un matériau cimentaire soumis au séchage.

Le matériau étudié est considéré comme un composite à deux phases : plusieurs billes de verre incorporées dans la pâte de ciment.

### 3.3.1 Extension du modèle proposé aux conditions non saturées

On suppose que la pâte de ciment est saturée par une phase liquide d'eau (indice  $lq$ ) et un mélange gazeux (indice  $g$ ) composé par l'air sec (indice  $da$ ) et la vapeur d'eau (indice  $vp$ ). Le mélange gazeux est un gaz parfait et la phase liquide est un fluide compressible. La pression capillaire ( $p_{cp}$ ) est exprimé par la différence entre la pression de gaz ( $p_g$ ) et la pression du liquide ( $p_{lq}$ ).

$$dp_{cp} = (dp_{vp} + dp_{da}) - dp_{lq} = dp_g - dp_{lq} \quad (3.40)$$

En raison de l'équilibre thermodynamique entre l'eau liquide et sa vapeur, la pression capillaire ( $p_{cp}$ ) peut être exprimé avec une humidité relative ( $H_r$ ) à l'aide de la loi de Kelvin comme suit:

$$P_{cp} = P_g - P_{lq} = \ln(H_r) \frac{\rho_{lq} RT}{M_{vp}^{ol}} \quad (3.41)$$

où  $M_{vp}^{ol}$  est la masse molaire de la vapeur,  $R$  est la constante universelle de gaz parfait,  $T$  est la température absolue et  $\rho_{lq}$  est la masse volumique du liquide.

En se basant sur la théorie fondamentale de Biot (1941, 1955, 1973) et les travaux de Coussy (1991, 1995, 2004), une loi de comportement élastique non linéaire est proposée dans cette étude. Dans le cas isotrope et d'un comportement drainé, les équations d'état incrémentales peuvent être exprimées sous la forme :

$$d\underline{\underline{\underline{\sigma}}} = \underline{\underline{\underline{c}}} : (d\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}} - d\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}^p}) - b(dp_g - S_{lq} dp_{cp}) \underline{\underline{\underline{\delta}}} \quad (3.42)$$

Afin de prendre en compte l'effet de l'endommagement, les formes incrémentales des relations constitutives pour des milieux poreux partiellement saturés endommagés sont exprimées comme suit :

$$d\underline{\underline{\underline{\sigma}}} = \underline{\underline{\underline{c}}}(\omega) : (d\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}} - d\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}^p}) - b(\omega)(dp_g - S_{lq} dp_{cp}) \underline{\underline{\underline{\delta}}} + \left( \frac{\partial \underline{\underline{\underline{c}}}(\omega)}{\partial \omega} : (\underline{\underline{\underline{\varepsilon}}} - \underline{\underline{\underline{\varepsilon}}^p}) - \frac{\partial b(\omega)}{\partial \omega} (p_g - S_{lq} p_{cp}) \underline{\underline{\underline{\delta}}} \right) d\omega \quad (3.43)$$

où  $\underline{\underline{\underline{\delta}}}$  représente le tenseur unité de deuxième ordre.  $S_{lq}$  est le degré de saturation en eau.

$b(\omega)$  denote le coefficient de Biot du matériau endommagé :  $b(\omega) = 1 - \frac{K_b(\omega)}{K_s}$ .  $K_s$  représente le module de compressibilité de matrice solide.  $b'(\omega)$  est la dérivé de  $b(\omega)$  par rapport à la variable d'endommagement  $\omega$ .

Concernant la modélisation plastique, différent approches ont été proposées dans la littérature. D'une manière générale, on peut distinguer deux grandes catégories de modèles poro-plastiques : modèles basés sur le concept de Barcelone (Alonso et al. 1990) et modèles utilisant la notion de contrainte effective (Jia et al. 2008, Bishop et Blight 1963, Coussy 1995). Dans cette étude, nous allons adopter le concept de Barcelone pour la modélisation plastique de la pâte cimentaire. Selon cette approche, les fonctions de charge et du potentiel plastique sont exprimées indépendamment en fonctions des contraintes effectives  $\underline{\underline{\underline{\sigma}}}^{net}$  et de la pression capillaire  $p_{cp}$ . L'influence de la saturation se traduit par la dépendance d'un certain nombre de paramètres au degré de saturation ou de la pression capillaire. Les données expérimentales exhibent une dépendance de la résistance en compression  $f_c$  au le degré de saturation. La fonction suivante est proposée pour  $f_c$  :

$$f_c(\omega, S_{lq}) = (1 - \omega) \left[ f_{c0} - (f_{c0} - f_{cs}) \exp\left(-\xi \frac{S_{lq}}{1 - S_{lq}}\right) \right] \quad (3.44)$$

$f_{c0}, f_{cs}$  sont respectivement les valeurs de  $f_c$  à l'état saturé et à l'état sec. En prenant en compte cette dépendance, la surface de charge et le potentiel plastique sont exprimés sous la forme suivante :

$$F_p(\underline{\underline{\underline{\sigma}}}^{net}, \gamma^p, \omega, S_{lq}) = q - \alpha(\gamma^p) \left( -c_1 + \sqrt{c_1^2 + 4c_2 \left( c_3 - \frac{p}{f_c(\omega, S_{lq})} \right)} \right) \frac{f_c(\omega, S_{lq})}{c_2} = 0 \quad (3.45)$$

$$Q_p(\underline{\underline{\underline{\sigma}}}^{net}, \gamma^p, \omega, S_{lq}) = q - \eta(-p + c_3 f_c(\omega, S_{lq})) \ln \left( \frac{-p + c_3 f_c(\omega, S_{lq})}{I_0} \right) = 0 \quad (3.46)$$

$$p' = \frac{tr(\underline{\underline{\underline{\sigma}}}^{net})}{3}, \quad q' = \sqrt{\frac{3}{2} s' : s'}, \quad s' = \underline{\underline{\underline{\sigma}}} - \frac{tr(\underline{\underline{\underline{\sigma}}}^{net})}{3} \underline{\underline{\underline{\delta}}}, \quad \underline{\underline{\underline{\sigma}}}^{net} = \underline{\underline{\underline{\sigma}}} - p_g \underline{\underline{\underline{\delta}}} \quad (3.47)$$

### 3.3.2 Equation de couplage hydromécanique en milieu poreux partiellement saturé

Dans les tests de laboratoire, en sachant que la variation de la pression du gaz est plus faible que la variation de la pression du liquide, la variation de la pression du gaz est négligée dans la présente étude. La pression du mélange de gaz est supposée constante et égale à la pression atmosphérique ( $P_{atm}=0.1\text{MPa}$ ). Le processus de séchage est simulé par une diminution de la pression du liquide.

Par conséquent, les équations pour les milieux poreux partiellement saturés sont données comme suit :

$$\text{Loi de Darcy :} \quad \frac{\vec{w}_{lq}}{\rho_{lq}} = \frac{k}{\mu} k_{lq}^r (-\nabla p_{lq} + \rho_{lq} \underline{g}) \quad (3.48)$$

$$\text{Conservation de la masse d'eau :} \quad \dot{m}_{lq} = -\text{div}(\vec{w}_{lq}) \quad (3.49)$$

$\underline{g}$  est l'accélération de la gravité.  $\dot{m}_{lq}$  désigne l'apport de masse liquide par unité de volume initial.  $\vec{w}_{lq}$  désigne le vecteur de vitesse d'écoulement de fluide.  $\rho_{lq}$  représente la masse volumique du fluide,  $k$  est la perméabilité intrinsèque et  $\mu_{lq}$  est la viscosité dynamique du fluide. La perméabilité relative au liquide  $k_{lq}^r$  dépend de la saturation en eau, et la relation suivante est utilisée dans cette étude :

$$k_{lq}^r = S_{lq}^{1/2} \left[ 1 - (1 - S_{lq}^{1/m})^m \right]^2 \quad (3.50)$$

Par conséquent, le système couplé hydromécanique de milieux poreux partiellement saturés se compose de l'équation de diffusion de liquide (3.42) et l'équation d'équilibre mécanique (3.43) (Coussy 2004, Jia et al.2010). L'équation générale de diffusion de liquide est obtenue en appliquant la loi de Darcy pour l'équation de conservation de masse et en combinant les équations constitutives dans des milieux poreux partiellement saturés.

$$\frac{k}{\mu_{lq}} \text{div}(\nabla p_{lq}) = \frac{1}{M(\omega)} \frac{\partial p_{lq}}{\partial t} + b(\omega) \frac{\partial \text{tr}(\underline{\underline{\varepsilon}}^e)}{\partial t} \quad (3.51)$$

$$\text{div}(\underline{\underline{\sigma}}) + \rho_m \underline{g} = 0 \quad (3.52)$$

$M(\omega)$  représente le tenseur des modules de Biot et  $b$  est le coefficient de Biot du milieu poreux endommagé. Les paramètres  $M(\omega)$  peuvent être déterminés à partir des propriétés des différents constituants du milieu poreux :

$$M(\omega) = \frac{b(\omega) - \phi}{K_s} + \frac{\phi}{K_{lq}}, b(\omega) = 1 - \frac{K_b(\omega)}{K_s} \quad (3.53)$$

$K_{lq}$  représente le module de compressibilité du liquide.  $\phi$  est la porosité totale connectée.

### 3.3.3 Conditions aux limites

De précédents essais de séchage réalisés par Peng (Peng 2009) sont simulés dans cette partie et sont similaires aux essais réalisées sur les composites ciment-billes de verre de notre étude (la fraction volumique est légèrement différente). Les tranches transversales montrées sur la

Fig 3.9 sont extraites à partir des images 3D reconstruites (résolution de  $5.3 \mu m$ ) de l'éprouvette au même endroit mais à différents états de séchage. Le composite est composé de 35% de billes de verre et d'une pâte de ciment. Les billes de verre ont un diamètre de 2mm. Le ciment utilisé est de ciment II/B 32.5R et le rapport l'eau/ciment est de 0.5.

Dans les essais de séchage, les échantillons cylindriques sont utilisés. Ils ont un diamètre de 8mm et une longueur de 30mm. L'expérience est réalisée en deux étapes:

Phase 1 (0-86400s): l'échantillon initialement saturé est soumis à température de  $60^{\circ}C$ , qui correspond à une humidité relative d'environ 10%;

Phase 2 (86400s - 864000s): l'échantillon continue à être séché à une température de  $105^{\circ}C$ , qui correspond à une humidité relative proche de 0%.

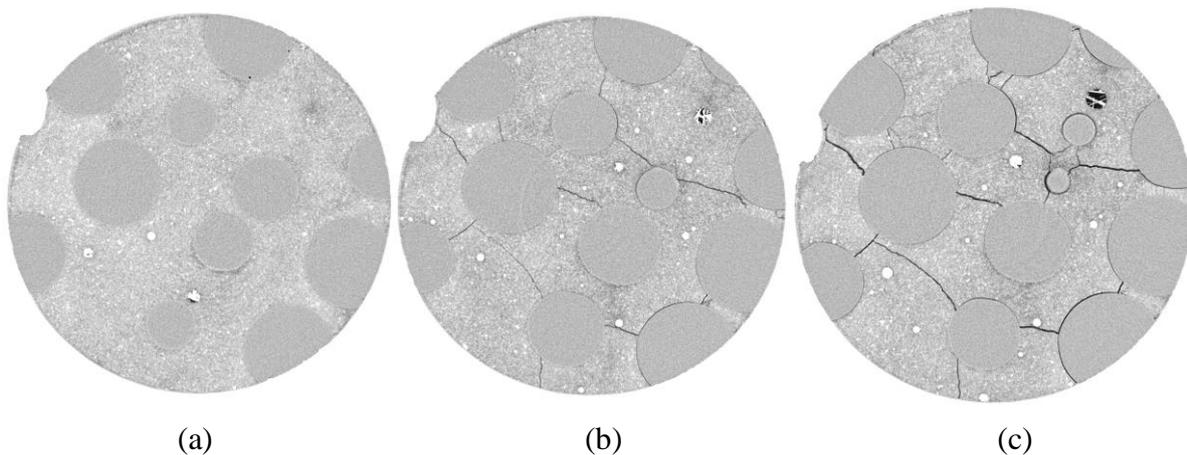


Fig 3.9 Coupe transversale de l'éprouvette : (a) A l'état initial; (b) fin de la première période de séchage; (c) fin de la deuxième période de séchage

#### Maillage utilisé et conditions aux limites

Du fait de la complexité de la simulation en 3D, des simulations en 2D sont adoptées dans cette étude. En sachant que la longueur de l'échantillon est 5 fois plus grande que son diamètre, une coupe transversale située au centre de l'échantillon cylindrique est étudiée (Fig 3.10) afin d'étudier l'évolution des microfissures dans le matériau cimentaire au cours du séchage. Une moitié de la section transversale est simulé afin de réaliser les calculs dans un temps raisonnable.

La zone étudiée contient quatre billes: deux situées sur le bord, une près du centre et une proche de la surface mais éloignée des autres billes, ce qui permet de rendre compte de différentes géométries possibles. Le maillage utilisé est composé de 2250 éléments quadrangulaires à 4 nœuds. Afin de bien reproduire l'évolution de la microfissure, le maillage a été affiné autour des billes. Du fait qu'AC est l'axe symétrie de la section étudiée, le déplacement horizontal est bloqué sur AC. Par ailleurs, afin d'assurer l'équilibre statique de la section étudiée, le déplacement vertical au point central est également bloqué.

Le test de laboratoire est simulé en respectant le processus expérimental réel. Deux phases successives sont réalisées :

Phase 1 (0-86400s): Une pression du liquide de l'ordre  $-311MPa$ , qui est correspond  $H_r=10\%$ , est imposée sur le contour extérieur ;

Phase 2 (86400s-864000s): une pression du liquide de l'ordre de  $-475\text{MPa}$  qui correspond à une humidité proche de 0% (une  $H_r = 3\%$  est choisie ici), imposée sur le contour extérieur;

La relation entre la pression du liquide et l'humidité relative est déterminée en respectant la loi de Kelvin.

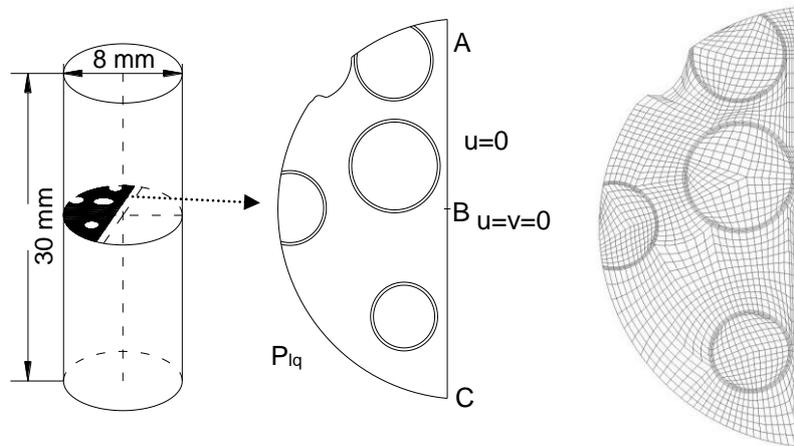


Fig 3.10 La géométrie et les conditions aux limites et le maillage utilisé

### Les paramètres utilisés

La pression capillaire est liée à la saturation en eau par la courbe de rétention d'eau. En se basant sur des données expérimentales obtenues par Rougelot et al. (2009) et inspiré par les études de recherche de Carlier et al. (2012), le modèle de van Genuchten (1980) est utilisé :

$$S_{lq} = \left[ 1 + (\alpha P_c)^n \right]^{(-m)}, m = 1 - 1/n, \alpha = 2.09 \times 10^{-8}, n = 1.90, p_{cp} = -p_{lq} \quad (3.54)$$

où  $\alpha$ ,  $n$  sont des paramètres d'ajustement liés à la distribution de taille de pores. Les données expérimentales sur la courbe de désorption d'eau de la pâte de ciment et la courbe utilisée dans la simulation numérique sont présentées dans la Fig 3.11.

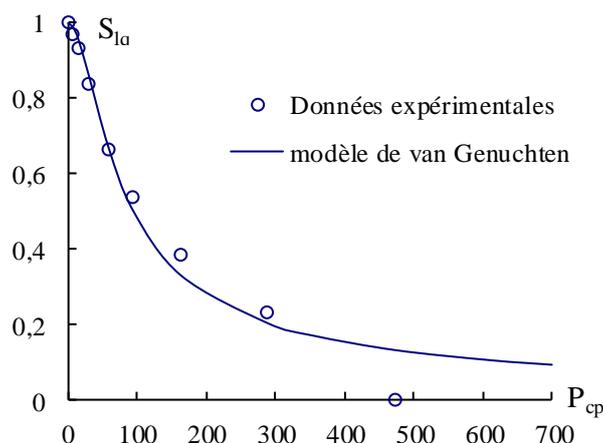


Fig 3.11 Relation entre la pression capillaire ( $P_{cp}$ ) et saturation en eau ( $S_{la}$ )

Les valeurs typiques des paramètres hydromécaniques utilisés pour la pâte de ciment et des billes de verre sont résumées dans le Tableau 3.2. Ces paramètres sont principalement basés

sur les données expérimentales obtenus dans notre étude et dans le travail de Rougelot (2008). Les paramètres du modèle utilisés pour la pâte de ciment sont déjà résumés au précédent (Tableau 3.1).

Tableau 3.2 Valeurs des paramètres utilisés pour la pâte de ciment et des billes de verre

Paramètres	Pâte de ciment (C05)	Bille
Module d'Young, E (MPa)	14000	73000
Coefficient de Poisson, $\mu$	0.25	0.17
Masse volumique, $\rho$ ( Kg/m <sup>3</sup> )	1530	2500
Porosité initiale, $\phi$ (%)	0.37	-
Coefficient de Biot, b	0.63	-
Perméabilité initiale, $k_0$ (m <sup>2</sup> )	$1 \times 10^{-18}$	$1.0 \times 10^{-23}$

### 3.4 Résultats numériques

Dans cette section, les principaux résultats numériques sont présentés, tels que la pression du liquide, le degré de saturation, les contraintes, la zone plastique et l'endommagement. La pression du liquide est tout d'abord présentée dans cette section.

#### 3.4.1 Pression du liquide

La distribution de la pression du liquide dans la matrice à différents moments est présentée dans la Fig 3.12. On peut voir que le front de désaturation pénètre progressivement dans l'éprouvette. La pression du liquide est nulle dans les inclusions du fait que les billes son quasiment imperméables. Dans la Fig 3.14, l'évolution de la pression du liquide sur le rayon DB (Fig 3.13) est présentée à différents moments de séchage. Au début du processus de séchage, un important gradient hydraulique est créé entre la surface et le cœur de l'éprouvette. Ensuite, ce gradient hydraulique diminue progressivement jusqu'à ce que l'éprouvette soit totalement désaturée.

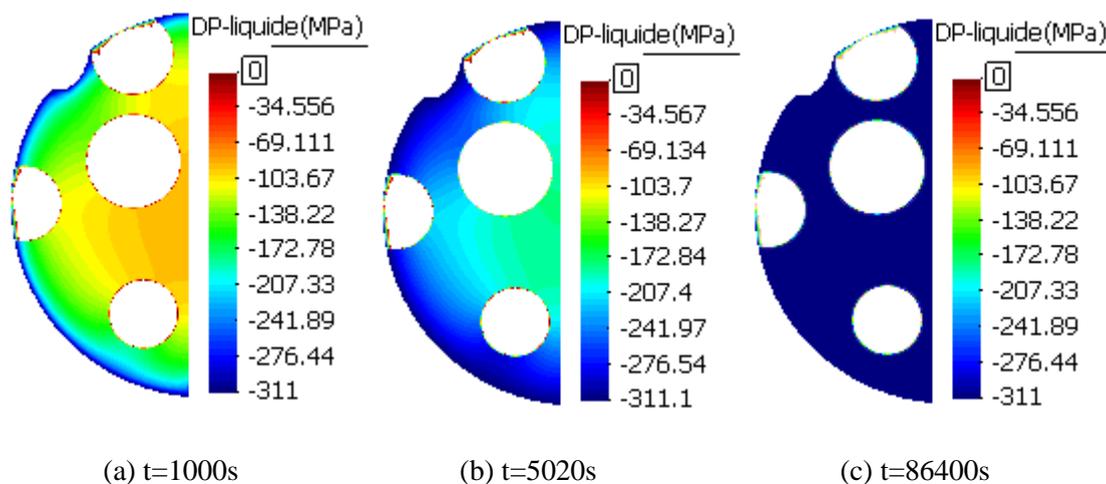


Fig 3.12 Carte du contour de la pression du liquide à l'instant différent

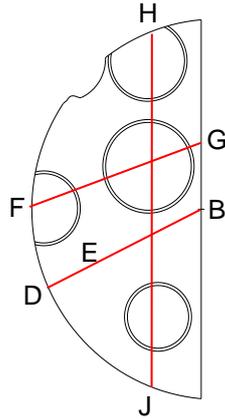


Fig 3.13 Schéma des lignes pour l'analyse

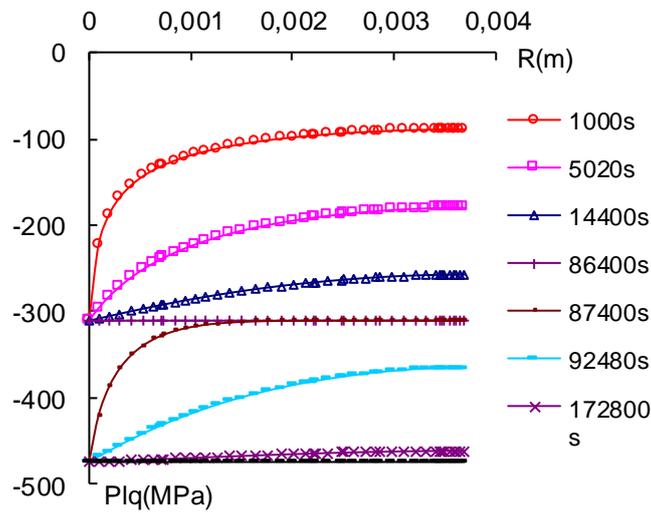


Fig 3.14 Evolution de la pression du liquide sur la ligne DB

Afin d'obtenir les informations détaillée sur l'évolution de la pression du liquide dans la pâte cimentaire, trois points situés sur la même ligne mais à des différentes distances du centre de section sont sélectionnés: le point D est situé sur la surface extérieure, le point B est situé dans le centre de la coupe transversale et le point au milieu E est situé entre les points D et B. Les évolutions de la pression du liquide à ces trois points sont présentées dans la Fig 3.15. On observe que la cinétique de la pression du liquide diminue avec la distance à partir de la limite extérieure de l'éprouvette : la diminution la plus rapide de la pression du liquide est observée au niveau du point D situé sur la surface extérieure de l'éprouvette, ce qui est le résultat attendu.

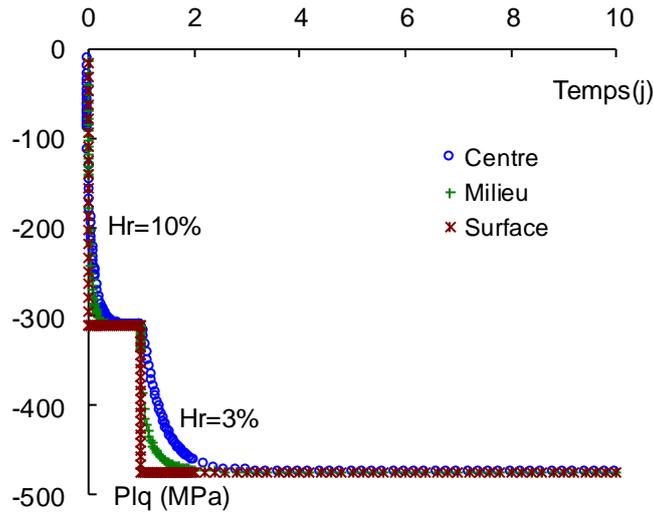


Fig 3.15 Evolution de la pression du liquide sur les 3 points pendant 10 jours

### 3.4.2 Saturation en eau

L'évolution de la saturation en eau dans l'éprouvette est analysée dans cette section. La saturation en eau diminue rapidement au début du séchage et la désaturation continue à décroître progressivement avec le processus de séchage. L'évolution de la saturation en eau sur la ligne DB est illustrée dans la Fig 3.16. Cette évolution est cohérente avec celle de la pression du liquide.

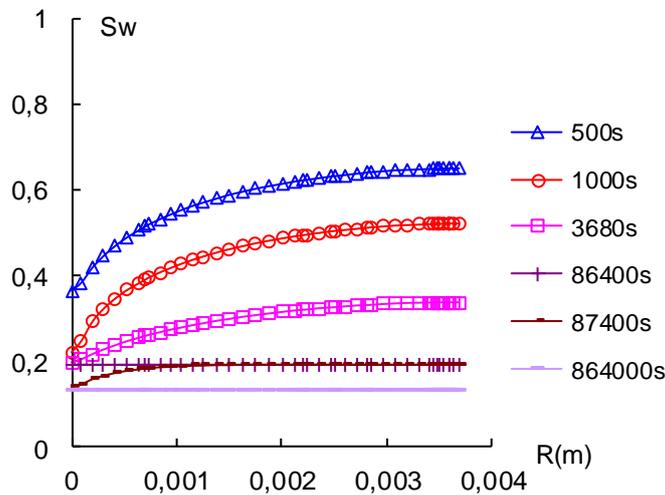


Fig 3.16 Evolution de la saturation en eau sur ligne DB

### 3.4.3 Contraintes

La distribution des contraintes principales dans les échantillons après 86400s de séchage est présentée dans la Fig 3.17. Les zones de traction se concentrent autour des inclusions, entre les inclusions, et entre les inclusions et la limite extérieure de l'échantillon. En outre, on observe que plus les inclusions sont proches les unes des autres, plus une contrainte importante apparaît autour des inclusions. L'observation de ces zones de contrainte en

traction est due à l'effet de restriction d'inclusion. La distribution des vecteurs de contrainte principale est présentée dans la Fig 3.17 (c). Les tractions sont présentées en rouge tandis que les compressions sont en bleu. L'intensité de contrainte est présentée par la longueur des segments. En général, on observe que la zone de la concentration de contrainte est cohérente avec la distribution des fissures observées (Fig 3.17 (d)).

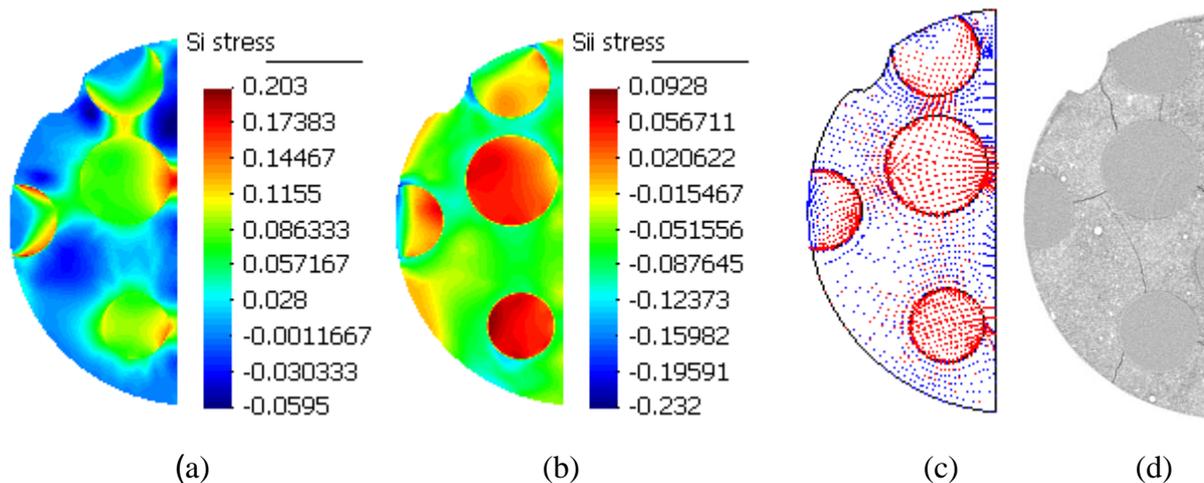
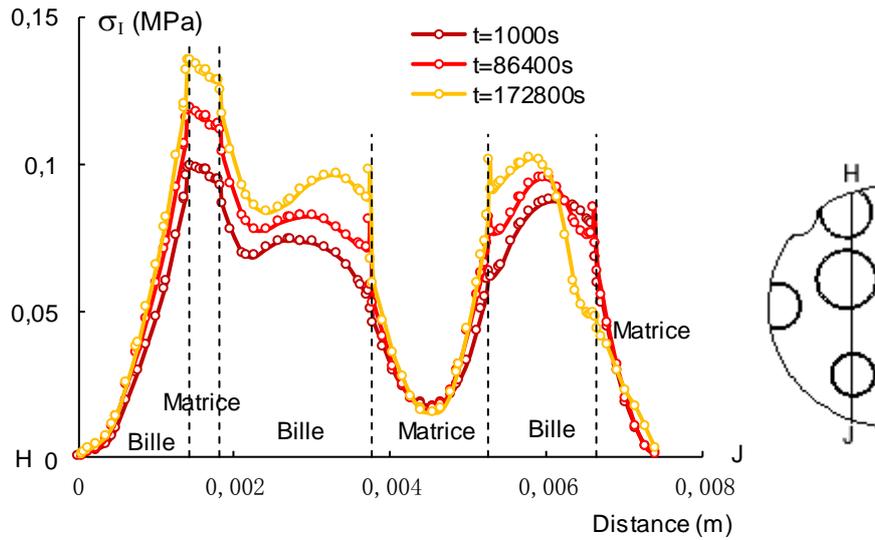
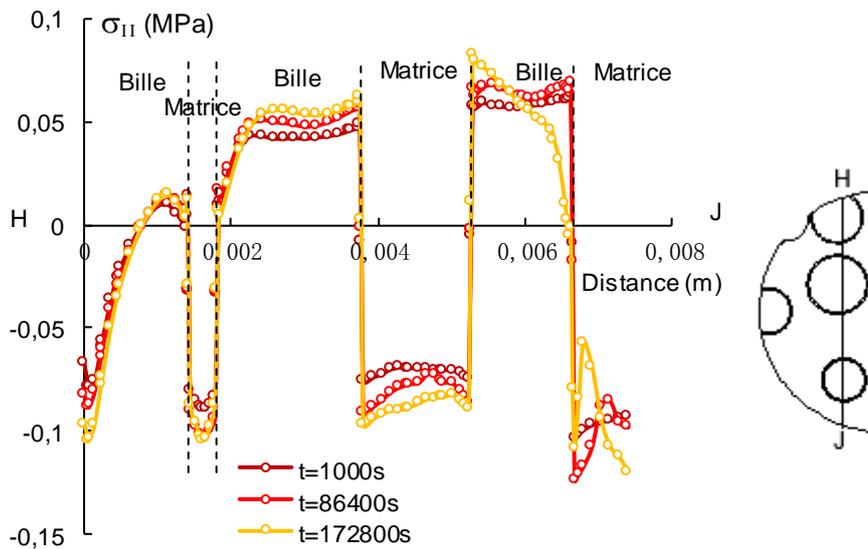


Fig 3.17 (a) La distribution de contrainte  $\sigma_I$  après 86400s ; (b) La distribution de contrainte  $\sigma_{II}$  après 86400s ; (c) La distribution des vecteurs de contrainte principale; (d) Coupe microtomographique du composite cimentaire après 86400s de séchage

Pendant le séchage, le front de dessiccation se déplace progressivement vers le centre de l'éprouvette. En raison de la faible perméabilité de la pâte de ciment, un important gradient hydraulique est créé entre le centre et le contour de la section. Par conséquent, un retrait différentiel est provoqué au sein du matériau. Cependant, la pâte de ciment ne peut pas se contracter librement en raison de la présence des inclusions rigides et conduit alors à une concentration de contraintes. La Fig 3.18 présente les évolutions des contraintes principales sur la ligne HJ (voir la Fig 3.13). Deux concentrations des contraintes sont observées dans la pâte de ciment, localisées entre les billes de verre. De plus, Plus les billes sont rapprochées, plus cette concentration de contraintes est élevée.



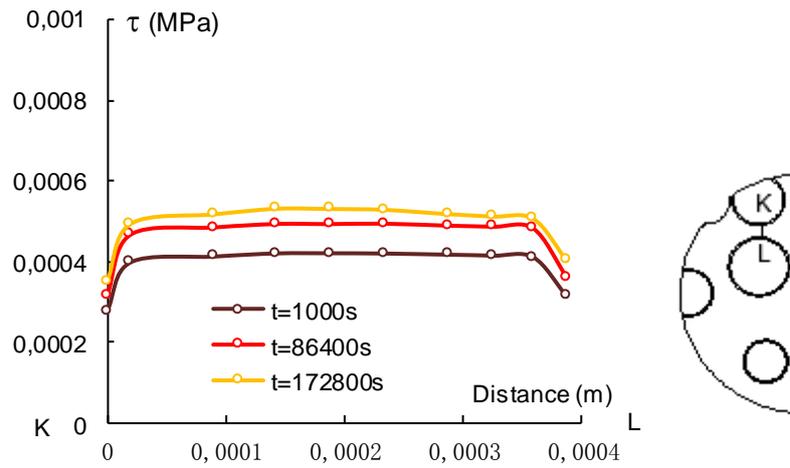
(a)



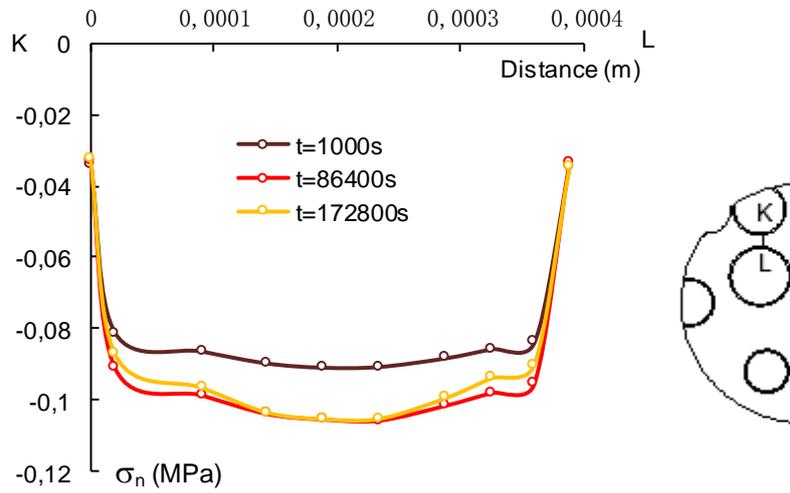
(b)

Fig 3.18 Evolution des contraintes principales (a)  $\sigma_I$ , (b)  $\sigma_{II}$

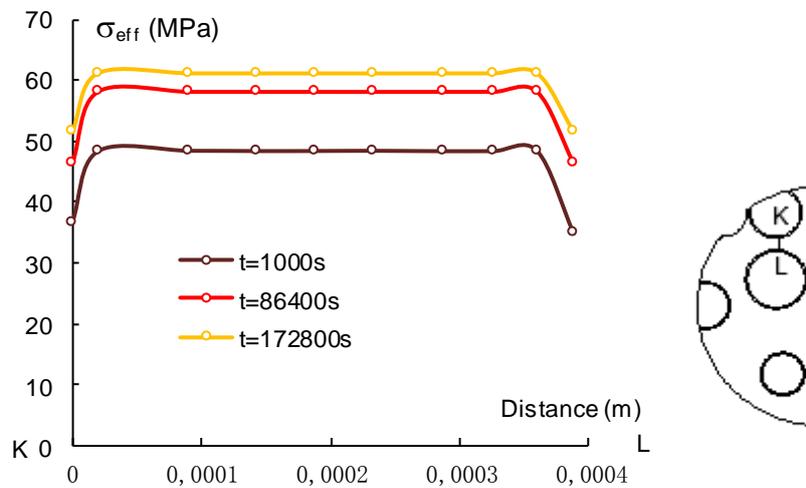
Afin d'analyser plus en détail l'évolution de contrainte, les évolutions des contraintes normale et de cisaillement sur une ligne (ligne KL, Fig 3.19) localisée dans une zone fissurée est présentée dans cette partie (Fig 3.19). On observe que les contraintes augmentent progressivement avec la dessiccation. Par contre, les contraintes normales sont beaucoup plus importantes que les contraintes de cisaillement. De ce fait, on peut conclure que la fissure est principalement créée par la tension et non par le cisaillement.



(a)



(b)



(c)

Fig 3.19 Distribution et évolution (a) des contraintes de cisaillement ( $\tau$ ), (b) des contraintes normales ( $\sigma_n$ ) et (c) des contraintes normales effectives ( $\sigma_{eff}$ ) sur la ligne KL

### 3.4.4 Endommagement et zone plastique

La distribution de paramètre d'érouissage plastique dans les échantillons au cours du séchage est présentée dans la Fig 3.20. On peut observer que les valeurs les plus grandes de la variable d'érouissage plastique se trouvent principalement dans les zones autour des inclusions et entre les inclusions comme cela pouvait être escompté. Les valeurs maximales de cette variable sont trouvées également dans les zones proches de la surface de l'éprouvette après 172800s de séchage. La distribution de l'endommagement à la fin de la première phase de séchage est présentée dans la Fig 3.21. Les grandes valeurs sont trouvées autour des inclusions.

Au début de séchage, le matériau est endommagé fortement sous les gradients hydrauliques élevés entre la surface et le cœur de l'éprouvette. L'endommagement se concentre autour des billes (fissuration circonférentielle, comme celle observée sur nos matériaux ciment-billes de verre) et entre elles (fissuration radiale). Les fissures se forment dans des stades précoces au début du séchage, puis elles se développent progressivement (Fig 3.20). Dans la deuxième étape de séchage, l'effet du retrait empêché de séchage dû à des gradients hydrauliques est plus évident en raison de sa plus faible perméabilité relative au cours de cette période. Par la suite, avec la désaturation progressive de l'éprouvette, la contrainte de traction continue d'augmenter lentement et les fissures se développent progressivement.

En comparant la distribution d'endommagement et le paramètre d'érouissage, on observe que la plasticité est très peu développée dans le matériau.

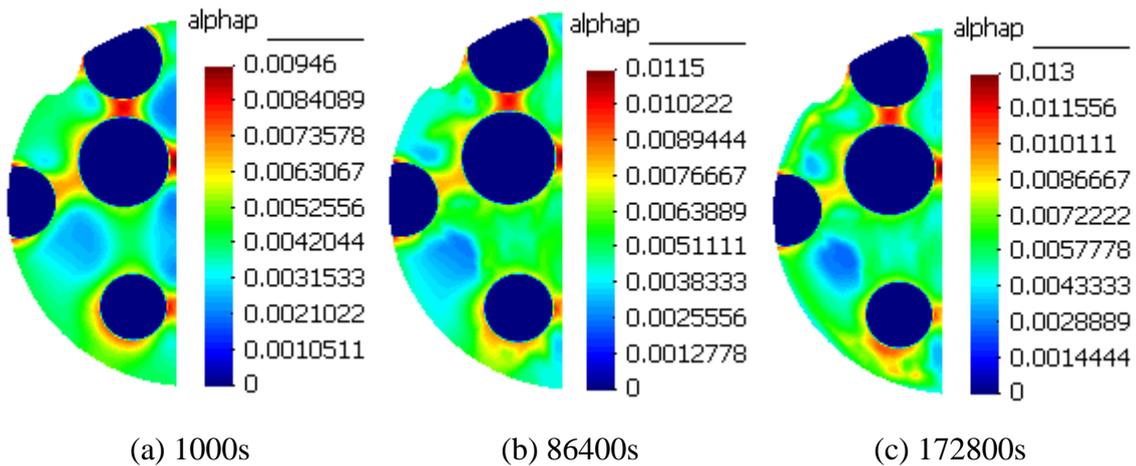


Fig 3.20 Evolution de l'érouissage plastique ( $\alpha$ )

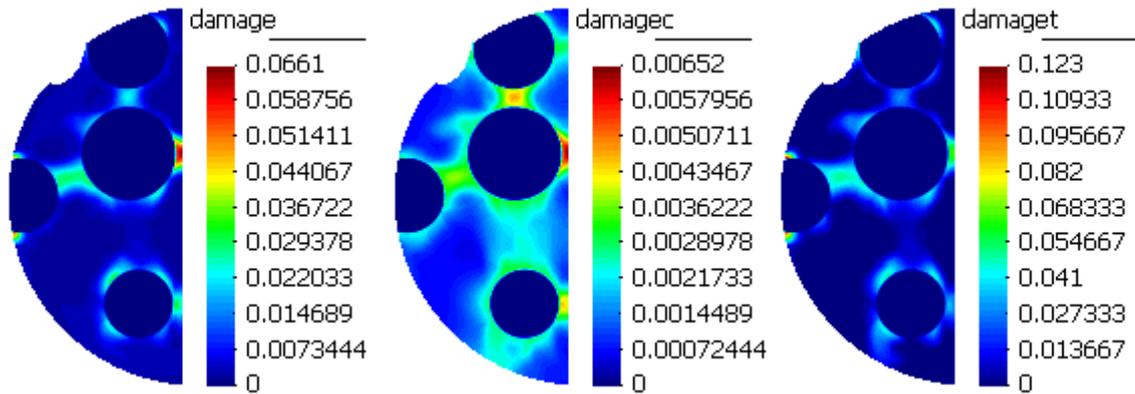


Fig 3.21 Distribution de l'endommagement total (de compression et traction) après 86400s

### 3.5 Etude paramétrique

Dans la simulation numérique, le matériau étudié est considéré comme un composite à deux phases : plusieurs billes de verre incorporées dans la pâte de ciment. En compression, deux mécanismes sont généralement observés: la plasticité et l'endommagement. Toutefois, les matériaux cimentaires exhibent un comportement très fragile en traction. Afin de bien comprendre le comportement de la pâte de ciment au cours de séchage, l'influence du comportement de la matrice est analysée par une série d'études paramétriques dans cette section.

D'autre part, il est nécessaire de rapprocher les résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre 2 de la modélisation proposée ici, en particulier sur les effets liés à la rigidité des billes sur la fissuration ou encore des variabilités possibles dans les caractéristiques de la matrice cimentaire.

Ainsi, le module d'Young des inclusions est un facteur important sur la microfissuration au sein du matériau cimentaire soumis au séchage comme nous avons pu l'établir précédemment. Pour étudier numériquement l'influence de ce facteur sur le niveau de contrainte dans l'éprouvette, une étude paramétrique est également réalisée dans cette section.

La courbe de désorption d'eau liée à la distribution des pores a une influence sur la cinétique de désaturation et plus loin sur l'évolution des contraintes et des déformations plastiques, ce qui a aussi un impact sur le degré de fissuration. En outre, la perméabilité et la perméabilité relative au liquide ont des influences également sur la cinétique de désaturation comme la courbe de désorption d'eau. De ce fait, ces paramètres doivent se baser sur les données expérimentales autant que possible.

En utilisant les valeurs de paramètres du modèle données dans le Tableau 3.1, une série de simulations numériques ont été réalisées (Tableau 3.3) dans les conditions de déformation plane. Le cas 1 est défini comme le cas de référence. Afin d'illustrer l'influence du comportement de la matrice et la rigidité de l'inclusion, les résultats numériques dans les différents cas seront comparés et discutés.

Tableau 3.3 Cas d'étude paramétrique

Influence	Cas	Pâte de ciment	Bille de verre $E$ (MPa)
Comportement de la matrice	1	Elastoplasticité+ endommagement	73000
	2	Endommagement	73000
	3	Endommagement	112000
Module d'Young des billes	4	Endommagement	48700
	5	Endommagement	24300
	6	Endommagement	2000
Courbe de désorption d'eau	7	Endommagement	73000
Type de restriction	8	Endommagement	73000

### 3.5.1 Influence du comportement de la matrice

L'influence du comportement de la pâte de ciment sur la fissuration créée au cours du séchage sera étudiée dans cette section. Les résultats numériques de cas 1 sont comparés avec ceux de cas 2, où un modèle d'endommagement isotrope est adopté pour la pâte de ciment. Dans les deux cas, les mêmes paramètres d'endommagement sont utilisés.

Les distributions des contraintes principales et de l'endommagement dans le cas 2 sont présentées dans les Fig 3.22 et Fig 3.23. On observe que la distribution des contraintes principales  $\sigma_I, \sigma_{II}$  est similaires à celle obtenue dans le cas 1. De plus, la distribution des zones plastiques est cohérente avec celle de l'endommagement. Cette observation peut être expliquée par le fait que dans la littérature, de nombreuses études expérimentales (Jamet et al. 1984, Newman 1979, Scavuzzo et al. 1983, Attard et Setunge 1996, Sfer et al. 2002) ont présenté que, sous des pressions de confinement faibles, le matériau cimentaire est fragile et peut être décrit par un modèle d'endommagement élastique. En outre, avec l'augmentation de la pression de confinement, il devient ductile et son comportement mécanique doit être décrit par un comportement plastique en sus de l'endommagement. Dans cette étude, le matériau étudié n'est que soumis à une pression capillaire et est libre de contrainte. De ce fait, les résultats obtenus dans les cas 1 et 2 sont similaires.

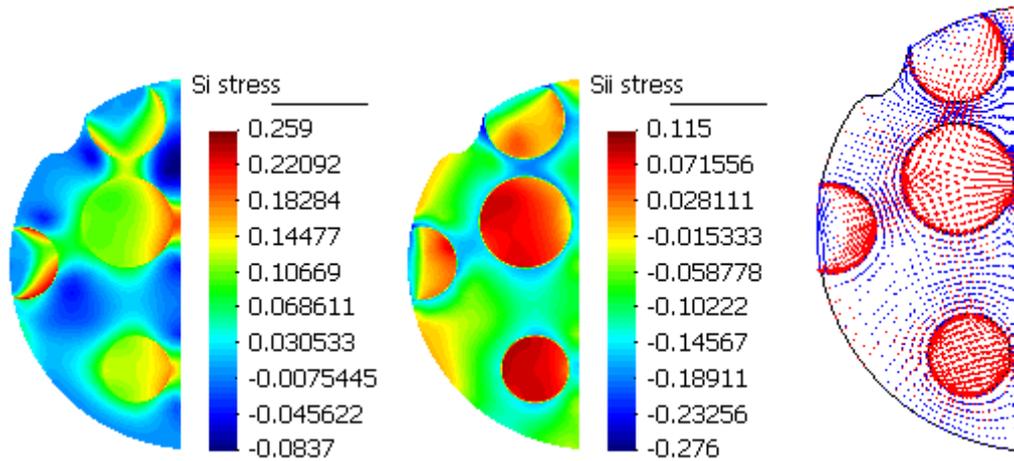


Fig 3.22 Distribution de la contrainte principale maximale et minimale après 86400s – Cas 2

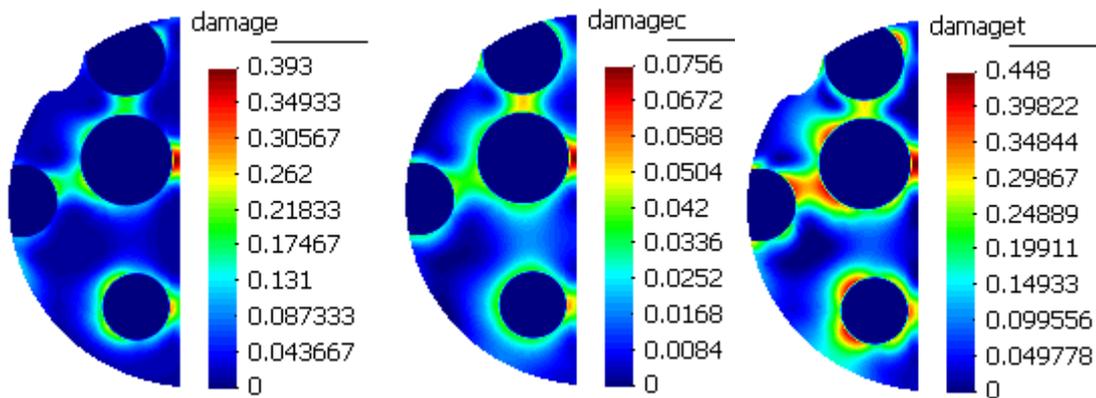
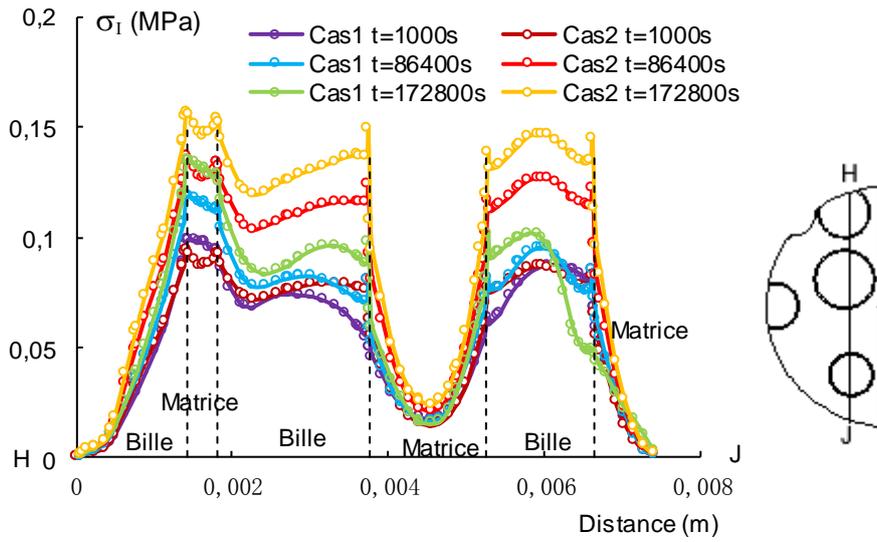
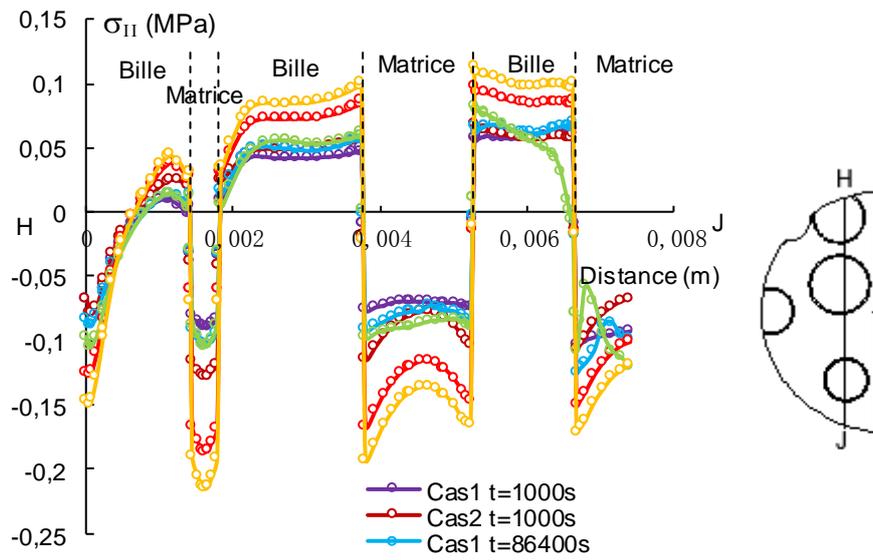


Fig 3.23 Distribution de l'endommagement après 86400s – Cas 2

De plus, l'évolution des contraintes principales sur la ligne HJ sont également comparées pour tous les deux cas (Fig 3.24). On observe que les contraintes dans le cas 1 sont plus petites que dans le cas 2 mais l'évolution de ces contraintes dans les deux cas est similaire. De ce fait, on comparera les évolutions de l'endommagement dans les études paramétriques afin d'illustrer les microfissures développées au sein du matériau.



(a)



(b)

Fig 3.24 Comparaison des contraintes principales (a)  $\sigma_I$ , (b)  $\sigma_{II}$  sur la ligne HJ dans les cas 1 et 2

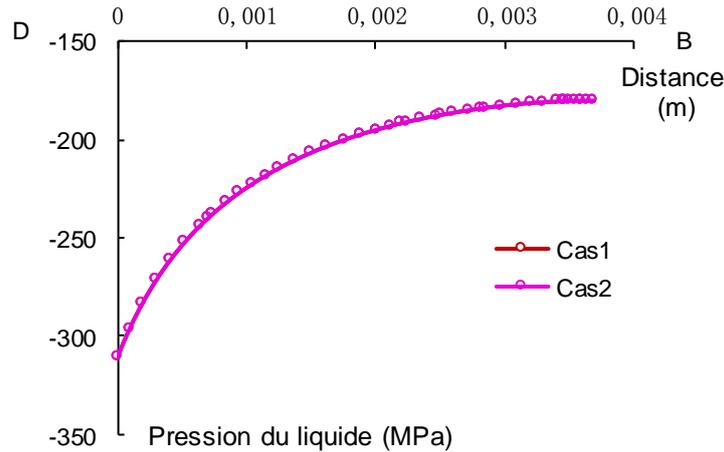


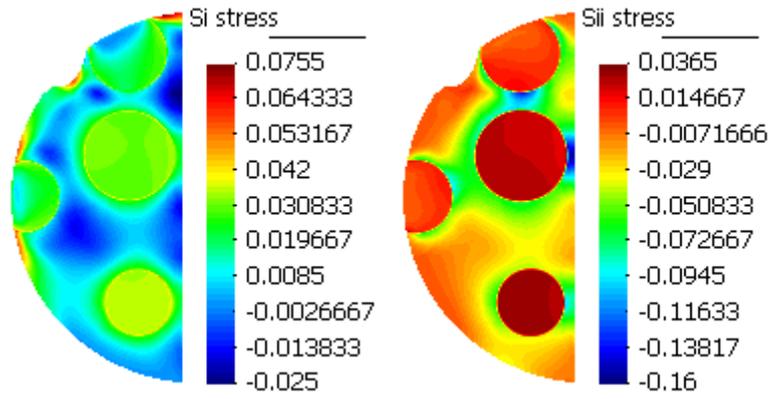
Fig 3.25 Comparaison de la pression de liquide après 5020s sur line DB dans les cas 1 et 2

Par contre, l'évolution de la pression de liquide n'est pas influencée par le comportement de la pâte de ciment et est essentiellement contrôlée par les propriétés hydro-mécaniques de la pâte de ciment (Fig 3.25).

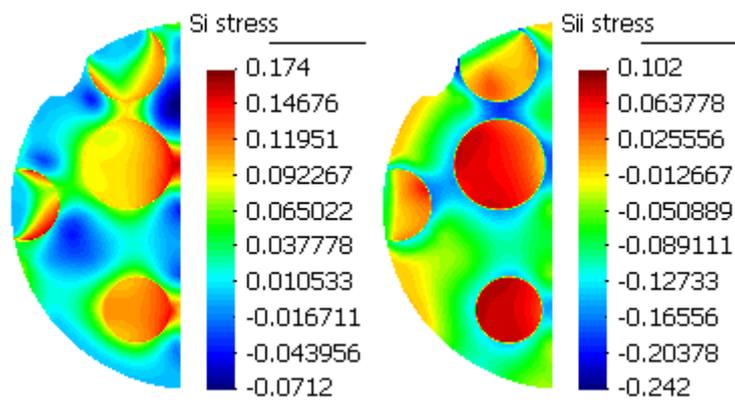
### 3.5.2 Influence du module d'Young des inclusions

L'influence de la rigidité des inclusions sur l'évolution de la fissuration au cours de séchage est étudiée dans cette partie. Les résultats numériques des cas (3, 4, 5, 6) avec différentes valeurs du module d'Young sont comparés avec ceux obtenu dans le cas 2. Dans tous les cas, le comportement de la pâte de ciment est décrit par un modèle endommageable. Les valeurs du module d'Young des inclusions ( $E_{bille}$ ) dans le cas 4, 5 sont plus petits que celui du cas 2.  $E_{bille}$  dans le cas 3 est plus grand que celui de cas 2.  $E_{bille}$  dans le cas 6 est moins élevé que celui pour la pâte de ciment. L'idée est de pouvoir déterminer si l'évolution de la fissuration quantifiée expérimentalement est similaire à celle obtenue dans le modèle.

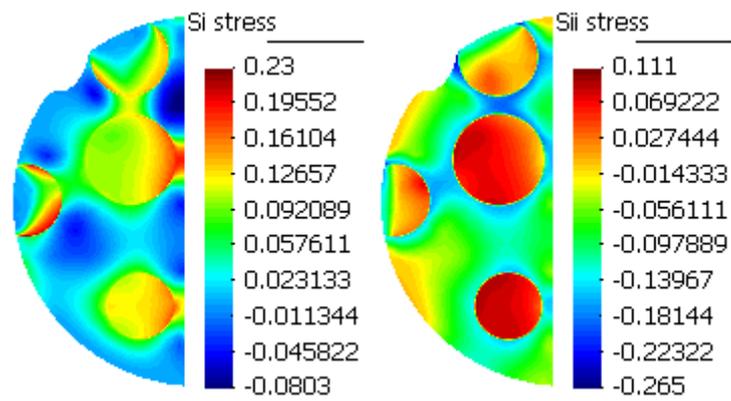
Les distributions des contraintes principales et de l'endommagement dans les cas étudiés sont présentées dans la Fig 3.26 et la Fig 3.27. On observe que les valeurs maximales des contraintes principales augmentent avec la rigidité des inclusions : la plus grande contrainte principale est obtenue dans le cas 4, où un module de l'ordre de 112000 MPa est utilisé (comme pour les billes de Titane). Cependant, la forme de la distribution des contraintes est très similaire dans les cas étudiés sauf dans le cas 6. On peut conclure que quand la rigidité des inclusions est plus grande que celle de la pâte de ciment, le retrait de la pâte de ciment est empêché par les inclusions et provoque aussi l'endommagement des matériaux cimentaires. Par contre, quand les inclusions sont moins rigides que la pâte de ciment, les inclusions et la pâte de ciment se contractent ensemble sous le séchage et moins de microfissures ont été créées dans la pâte (l'effet de retrait empêché est plus faible).



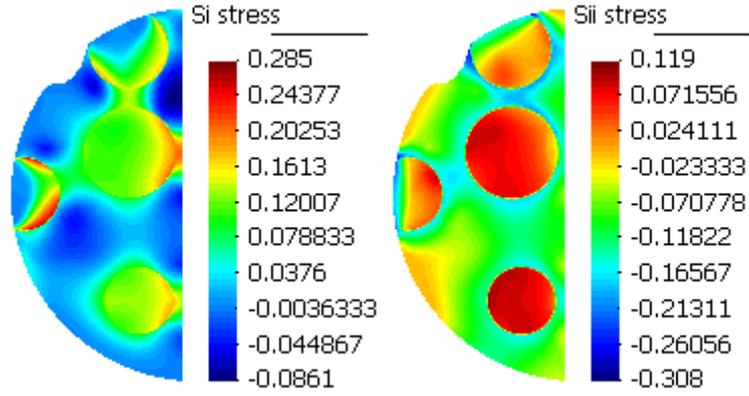
(a)  $E_{bille} = 2 \text{ GPa}$



(b)  $E_{bille} = 24.3 \text{ GPa}$

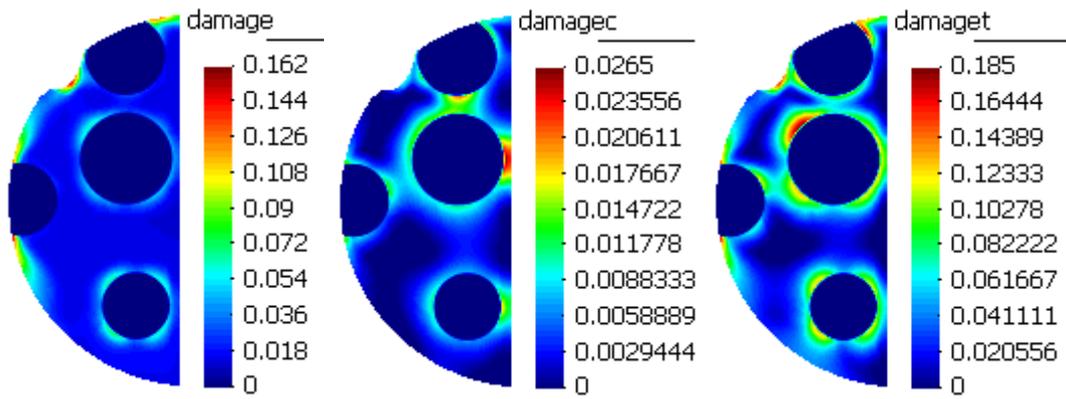


(c)  $E_{bille} = 48.7 \text{ GPa}$

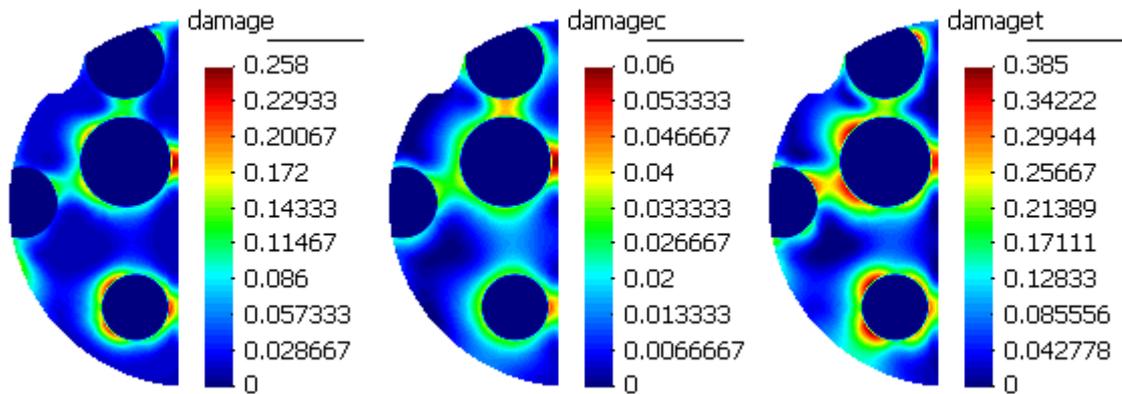


(d)  $E_{bille} = 112 \text{ GPa}$

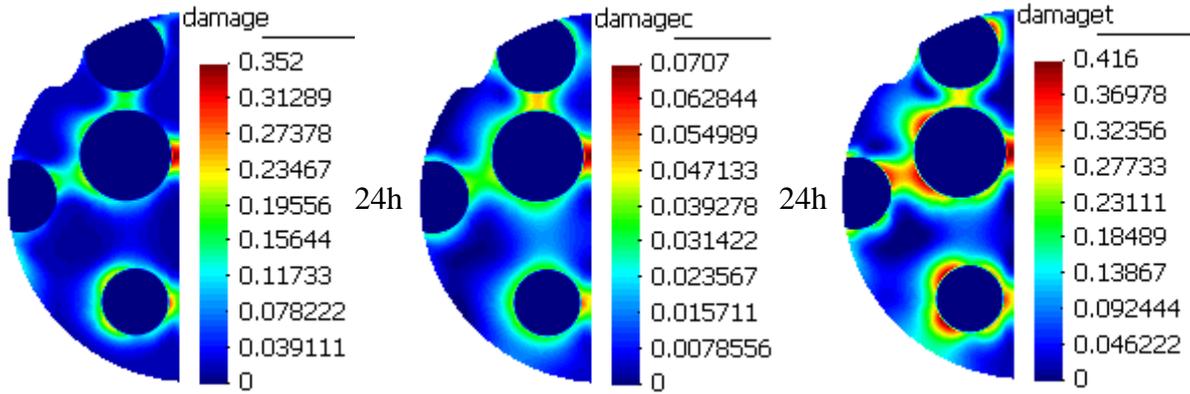
Fig 3.26 Contraintes principales  $\sigma_I$  et  $\sigma_{II}$  apres 86400s dans les cas 3, 4, 5, 6



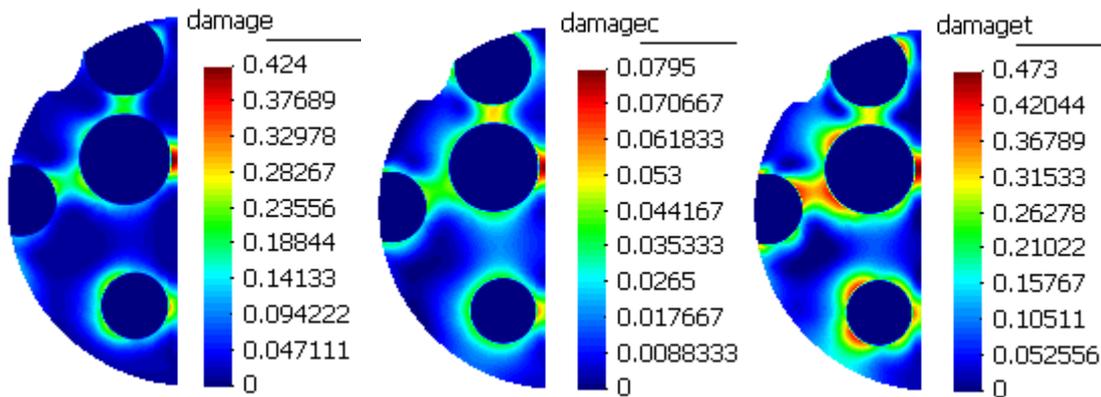
(a)  $E_{bille} = 2 \text{ GPa}$



(b)  $E_{bille} = 24.3 \text{ GPa}$



(c)  $E_{bille} = 48.7 \text{ GPa}$

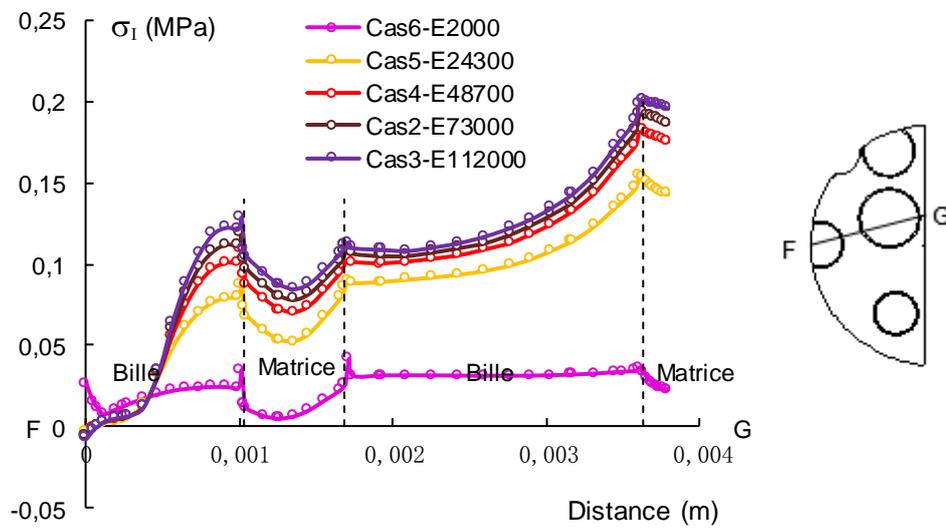


(d)  $E_{bille} = 112 \text{ GPa}$

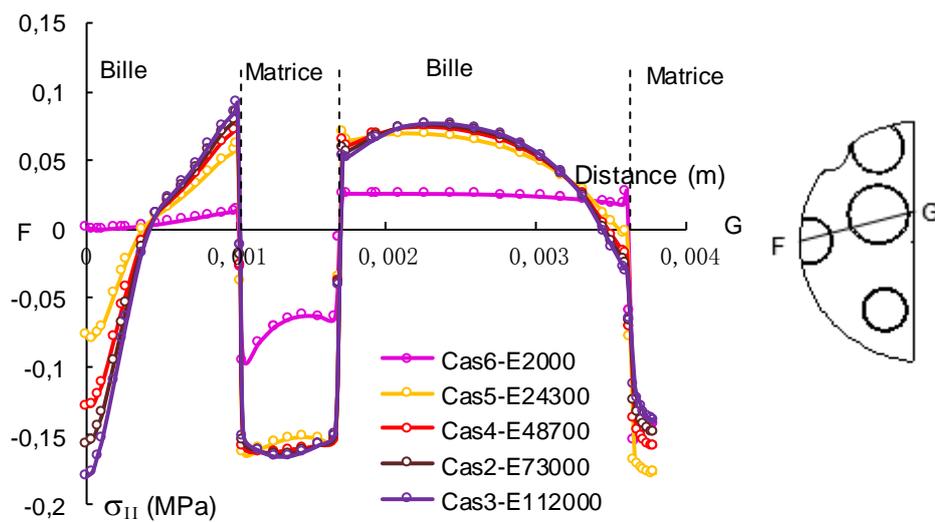
Fig 3.27 Distribution de l'endommagement dans les cas 3, 4, 5, 6

Les résultats numériques sur la ligne HJ sont également comparés dans la Fig 3.28. On observe que la valeur des contraintes principales augmente avec la rigidité des inclusions. L'écart entre les différents cas peut atteindre plus que 10%. On peut donc conclure que, plus la rigidité des inclusions est grande, plus importante contrainte de traction est créé dans l'échantillon. La valeur de l'endommagement dans le cas 2, 3, 4, 5, 6 augmente avec la rigidité des inclusions: la plus grand valeur est obtenue dans le cas 3, où la plus grande rigidité d'inclusion est utilisée (Fig 3.29). Les résultats numériques obtenus semblent donc illustrer les observations expérimentales menées sur les composites à billes de polymère et de verre, et semblent également renforcer l'artefact de mesure de la fissuration (fissures non détectées) sur les acquisitions microtomographiques pour le composite à billes de Titane. En effet, aucun changement de régime n'est observé pour des billes passant de 73 à 112 GPa dans le modèle (augmentation de la fissuration) alors que la tendance n'était pas aussi nette dans les observations expérimentales. Néanmoins, ceci pourrait être lié à l'inadéquation du modèle proposé pour représenter un éventuel effet lié aux billes de Titane (un éventuel mécanisme complémentaire expliquant une diminution de la fissuration dans le composite à billes de Titane n'ayant pas été pris en compte dans le modèle).

La Fig 3.30 illustre que la rigidité des inclusions n'a pas d'effet sur l'évolution de la pression de liquide dans l'échantillon. En conclusion, l'évolution de la pression de liquide n'est pas perturbée par la rigidité des inclusions.



(a)



(b)

Fig 3.28 La distribution de la contrainte principale  $\sigma_I$  (a) et  $\sigma_{II}$  (b) à 86400s sur la ligne FG dans le cas 2, 3, 4, 5, 6

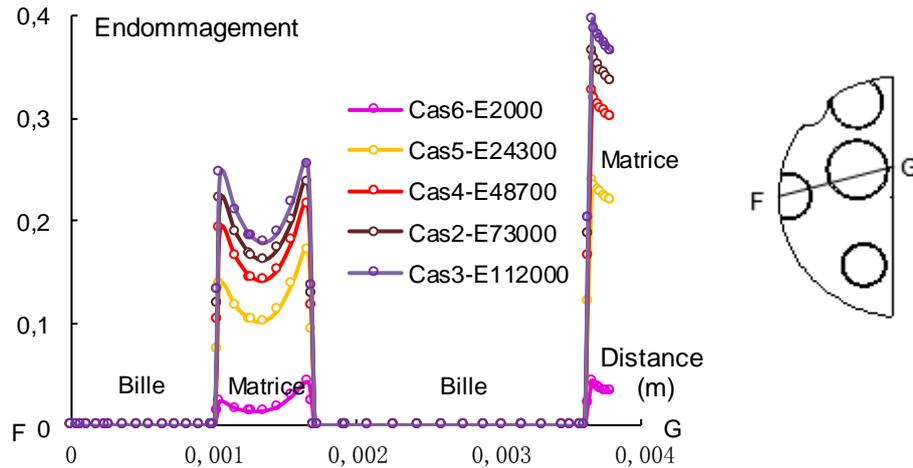


Fig 3.29 Les valeurs de l'endommagement après 86400s sur la ligne FG dans le cas 2, 3, 4, 5, 6

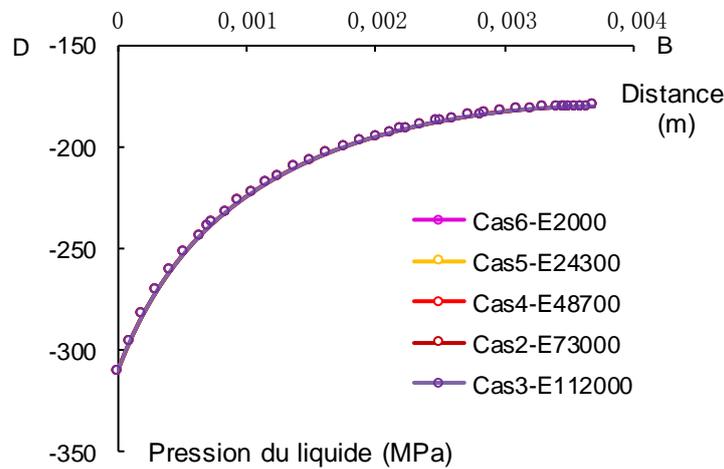


Fig 3.30 L'évolution de la pression liquide après 5020s sur la ligne DB dans le cas 2, 3, 4, 5, 6

### 3.5.3 Influence de la courbe de désorption d'eau

Dans cette section, deux calculs (cas 2 et cas 7) sont comparés pour étudier l'influence de la courbe de désorption d'eau. Dans le cas 7, la même fonction (équation 3.54) est utilisée mais avec différentes valeurs de paramètres ( $\alpha = 6.67 \times 10^{-8}$ ,  $n = 1.49$ ).

Les distributions de la pression de liquide, les contraintes principales et l'endommagement sont présentés dans les figures Fig 3.31, Fig 3.32 et Fig 3.33. On observe qu'une plus rapide désaturation est observée dans le cas 2. En conséquence, les plus grandes contraintes principales et de plus grandes valeurs de l'endommagement sont observées dans le cas 2. La Fig 3.34 montre l'évolution de la pression de liquide au point E au cours de séchage. On peut voir que l'évolution de la pression de liquide est plus rapide dans le cas 2 que dans le cas 7. La distribution de contraintes principales et de l'endommagement après 86400s dans le cas 7 sont présentés dans la Fig 3.35 et Fig 3.36. On observe que dans le cas 2, des plus grands contraintes et l'endommagement sont observées. En conclusion, plus le matériau se désature vite, plus une zone endommagée est générée le matériau étudié. L'effet structural (gradient de pression inhomogène dans tout l'échantillon) est donc bien plus faible sur l'apparition de

zones endommagées que le retrait local empêché par les inclusions : un plus grand niveau de désaturation entraîne un plus fort retrait de la matrice, aboutissant à une augmentation de valeur de ces zones (alors que les gradients de pression sont plus faibles dans l'échantillon).

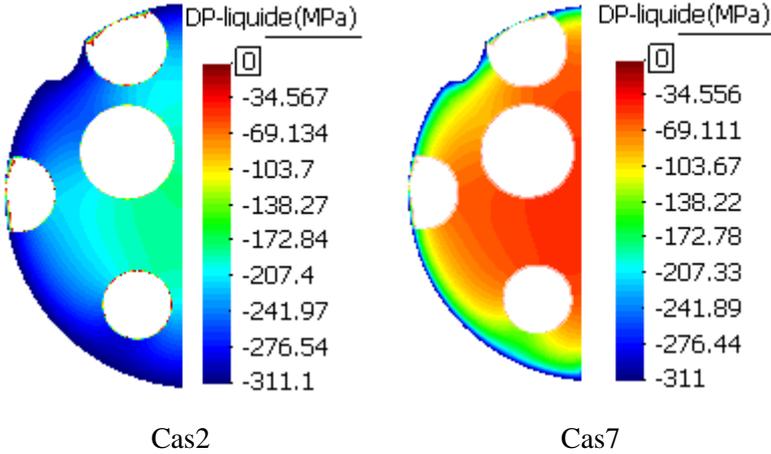
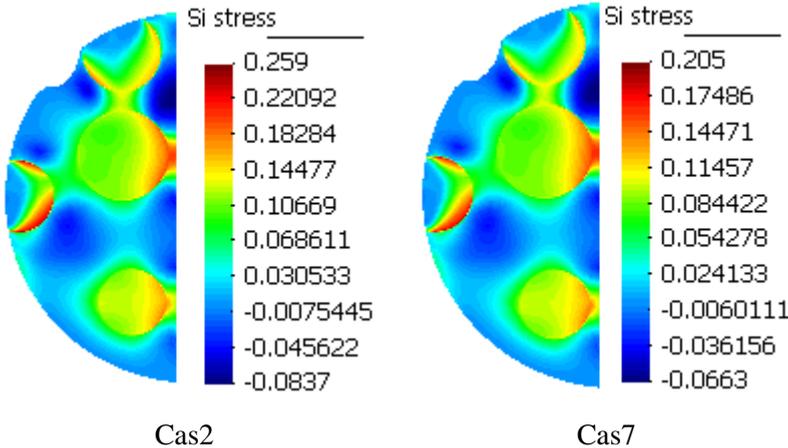
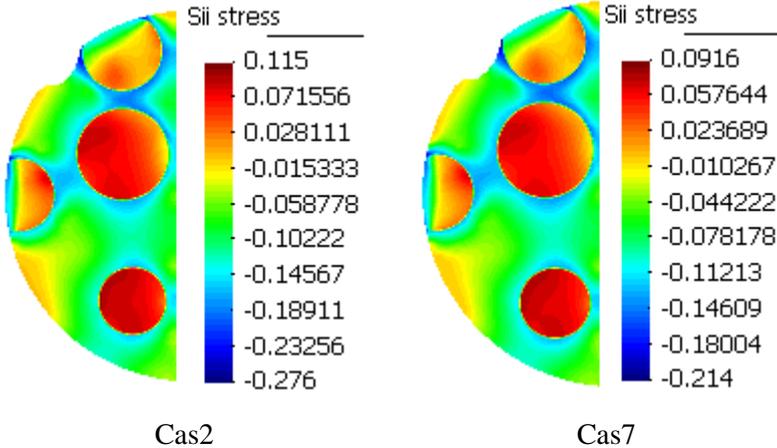


Fig 3.31 Distribution de la pression de liquide  $p_{lq}$  à 5020s dans les cas 2 et 7



(a)



(b)

Fig 3.32 Distribution des contraintes principales  $\sigma_I$  (a) et  $\sigma_{II}$  (b) à 86400s dans les cas 2 et 7

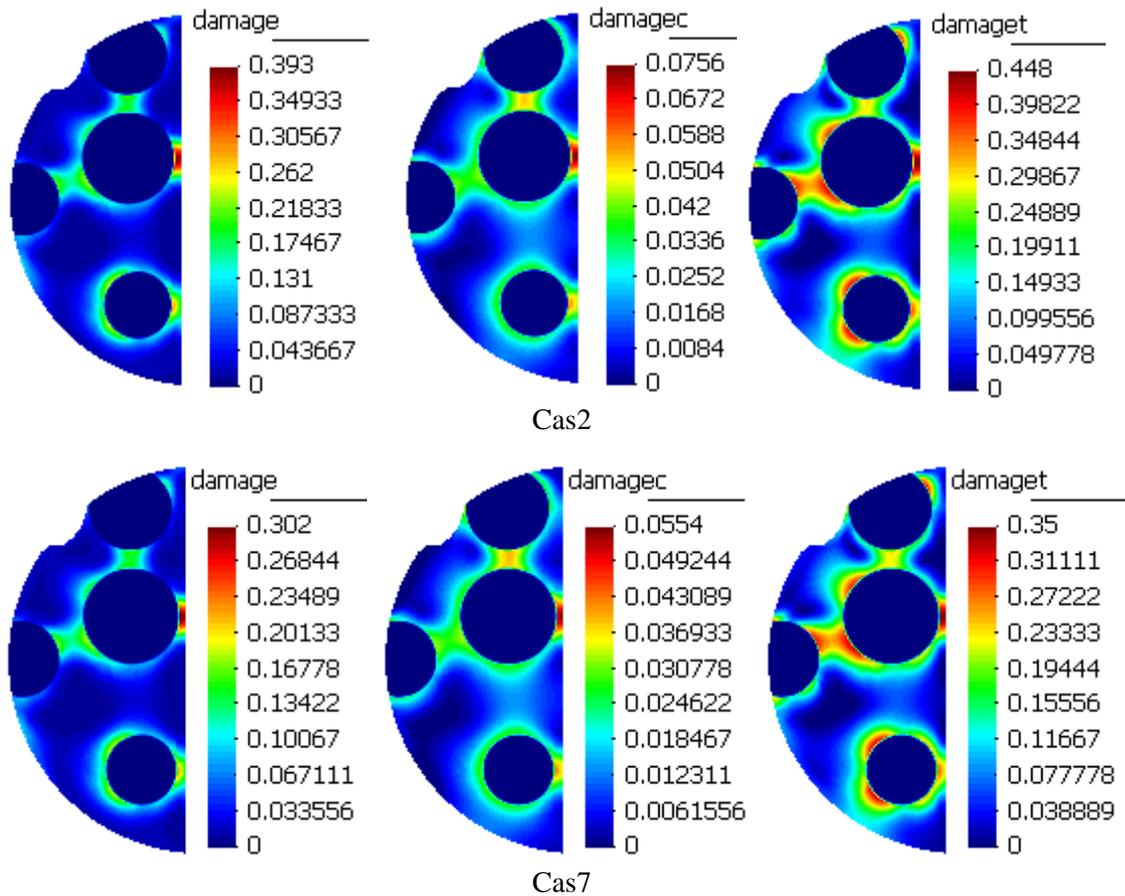


Fig 3.33 Distribution de l'endommagement à 86400s dans les cas 2 et 7

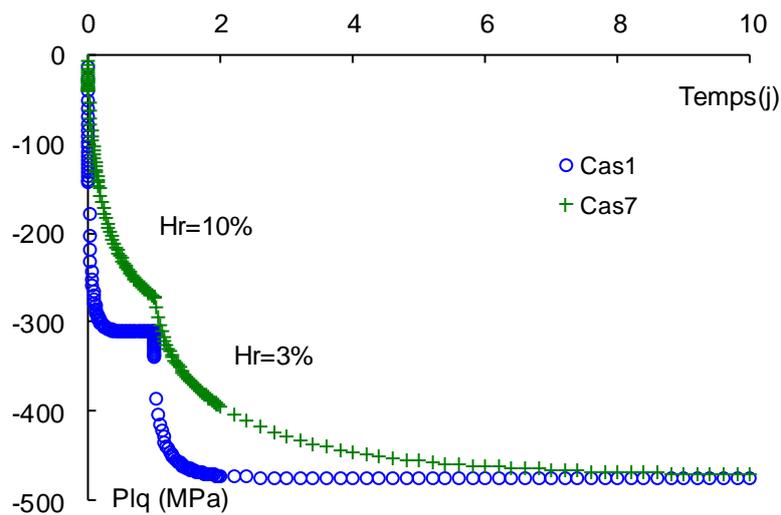
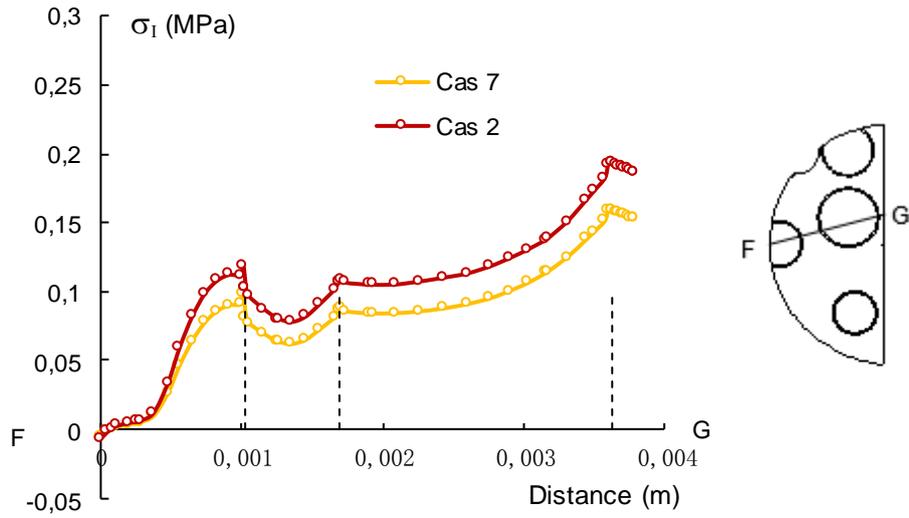
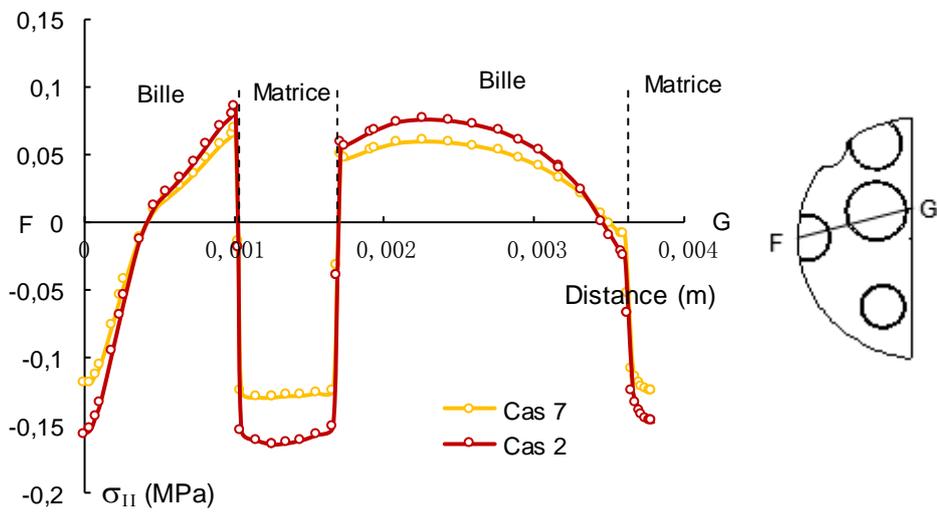


Fig 3.34 Evolution de la pression de liquide de point E pendant 10 jours



(a)



(b)

Fig 3.35 Evolution des contraintes principales  $\sigma_I$  (a) et  $\sigma_{II}$  (b) à 86400s dans les cas 2 et 7

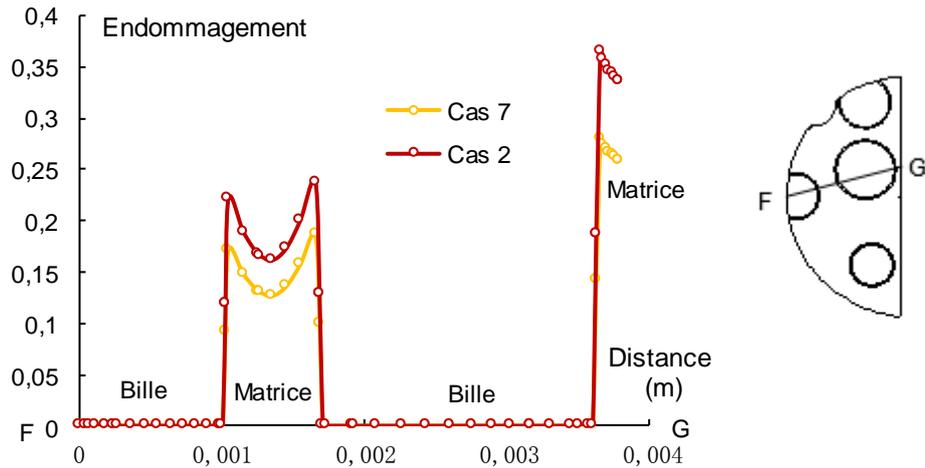


Fig 3.36 Evolution de l'endommagement à 86400s dans les cas 2 et cas 7

### 3.5.4 Influence du type de restriction

Comme vu au paragraphe précédent, deux types de restrictions sur la déformation libre de matériau cimentaire soumis au séchage existent, soit auto-restriction par le gradient hydraulique entre la surface et le cœur de l'échantillon (effet structurel), soit restrictions par la présence de granulats (effet local). Une modélisation de la pâte de ciment seule est alors réalisée pour confirmer que l'effet structurel est négligeable sur les fissurations principales observées dans nos matériaux. En l'absence des billes, le front de séchage pénètre progressivement vers le centre de l'échantillon (Fig 3.37). La distribution des contraintes principales et de l'endommagement après 86400s et 172800s sont présentées dans la Fig 3.38 et Fig 3.39. On peut voir que les valeurs de ces paramètres sont plus petites que celles du cas 2. Les fissurations se concentrent autour de la surface de l'éprouvette tandis que le centre de l'échantillon est toujours sain sans la présence des inclusions. Ceci valide donc le fait que l'effet structurel semble très inférieur à l'effet des inclusions sur la génération de fissures (notamment celles visibles sous microtomographie).

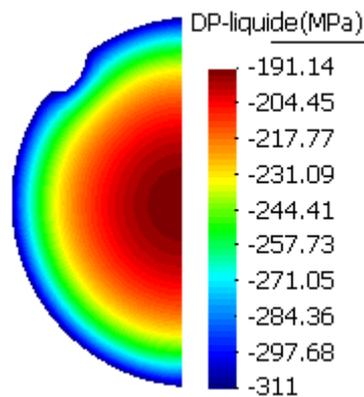


Fig 3.37 Distribution de la pression de liquide à 5020 s dans la pâte de ciment seule

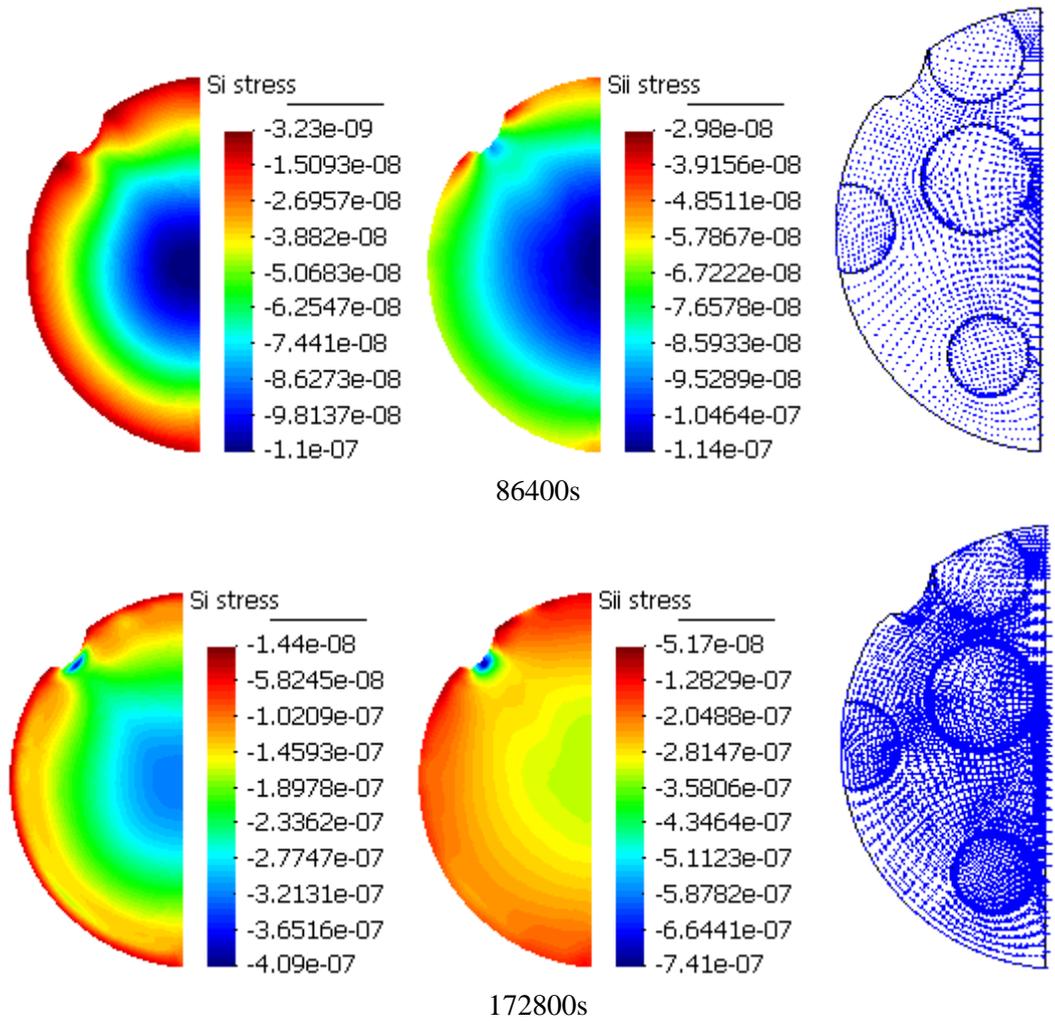
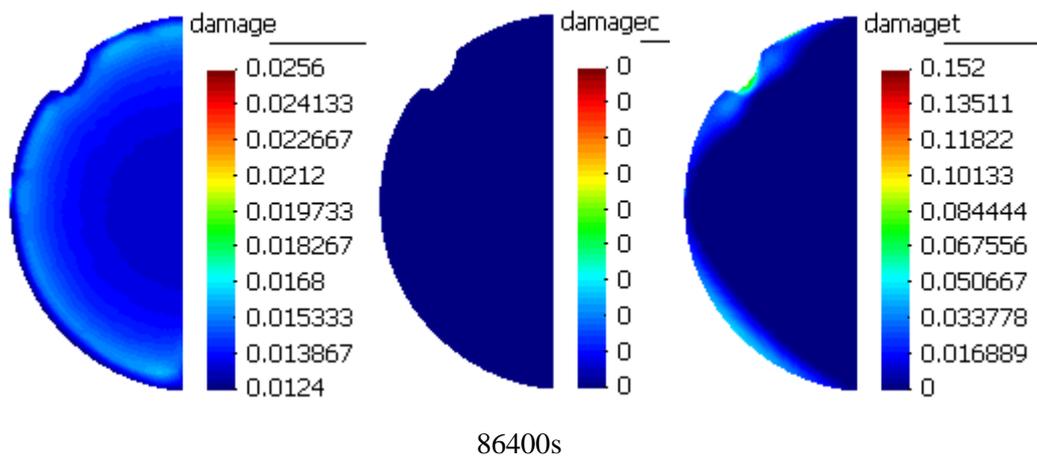
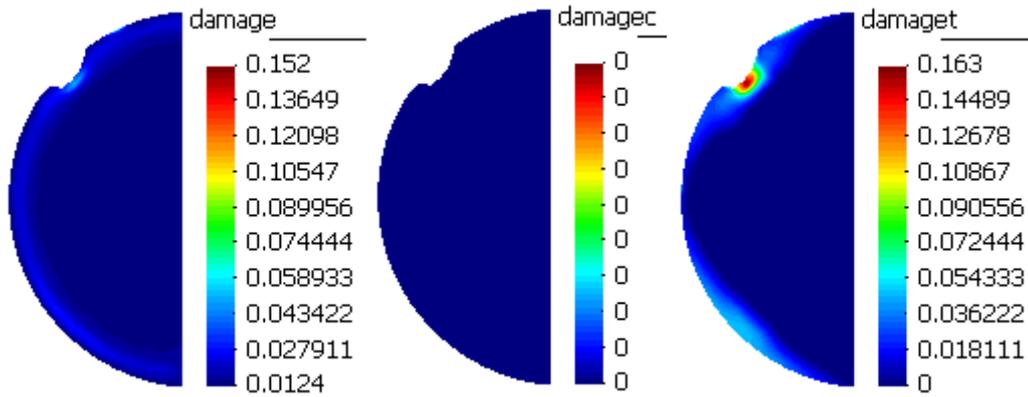


Fig 3.38 Distribution de contraintes principales  $\sigma_I$  et  $\sigma_{II}$  après 86400s et 172800s





172800s

Fig 3.39 Distribution de l'endommagement total  $\omega$  (de compression et traction) après 86400s et 172800s

## Conclusions

Le comportement hydromécanique des composites cimentaires sous gradient hydraulique est étudié dans ce chapitre afin d'obtenir une compréhension profonde sur la microfissuration du retrait de séchage et pour valider les observations expérimentales. Un modèle élastoplastique couplé à l'endommagement du milieu poreux partiellement saturé est utilisé pour le matériau étudié et un mécanisme de déformation plastique approprié et l'évolution d'endommagement sont pris en considération. Les paramètres utilisés dans le modèle pour la pâte de ciment sont basés sur une série d'essais mécaniques. Les conclusions principales de cette partie d'étude sont résumées comme suit :

1. L'évolution de la pression de liquide au cours du séchage est bien reproduite par la simulation numérique. La présence des granulats entraîne une distribution non uniforme de contraintes. Les valeurs de contrainte sont plus grandes autour des inclusions et entre les inclusions. Les valeurs de contraintes, de l'écrouissage plastique et d'endommagement augmentent progressivement avec l'avancement du séchage, qui montre le développement des fissures. La distribution des contraintes et la zone d'écrouissage plastique ainsi que la zone de l'endommagement ont une grande cohérence avec la distribution des fissures observées expérimentalement dans l'éprouvette. Des simulations numériques montrent un bon accord avec les résultats de l'expérience. Le modèle proposé est capable de décrire les caractéristiques principales du comportement poromécanique pour les matériaux à matrice cimentaire et peut donner une compréhension à partir du niveau numérique sur le mécanisme mécanique de la fissuration due au l'effet de séchage.

2. Les influences du comportement de la matrice et la rigidité de l'inclusion sont bien analysées par l'étude numérique. Le comportement mécanique de la matrice cimentaire peut affecter la contrainte et la distribution de fissures dans l'échantillon. Les résultats numériques montrent que les valeurs de contrainte et d'endommagement augmentent avec l'augmentation de la rigidité des inclusions, de manière similaire avec ce qui avait été observé expérimentalement. L'effet de la rigidité d'inclusion contribue principalement sur l'amplitude de la croissance de la contrainte plutôt que de la distribution des contraintes dans la plage de rigidité étudiée. Cependant, cela n'a pas d'impact sur l'évolution de la pression de liquide, le

modèle n'étant pas couplé entre fissuration induite par le séchage et comportement hydrique. Par ailleurs, l'influence de la courbe de désorption d'eau et l'influence du type de restriction sont également analysées et mettent en évidence que l'effet structurel a un rôle négligeable comparativement au retrait local empêché par les inclusions. Ceci est en conformité avec la quasi absence de fissures radiales de surface dans les échantillons analysés au chapitre 2.

## Conclusions générales et perspectives

Dans le contexte de la durabilité des matériaux cimentaires, la microfissuration induite par les modifications des conditions de l'environnement auquel est soumis ce matériau, comme l'humidité et la température, est un des aspects plus importants sur la dégradation des propriétés mécaniques. Les fissures générées ont des conséquences importantes sur les propriétés mécaniques et de transport. Ce travail est alors consacré à l'étude sur la fissuration induite par le séchage, soit dû à l'effet de structure ou aux effets locaux dans les matériaux cimentaires. L'accent est mis sur l'évolution de la fissuration et les rôles de granulats sur la fissuration. En se basant sur les études bibliographiques, nous avons choisi d'axer ce travail sur les facteurs importants liés à la rigidité et à l'état de surface des inclusions rigides, afin de compléter la compréhension des mécanismes aboutissant à cette fissuration. Nous avons réalisé cette étude par deux approches complémentaires : une investigation expérimentale et une simulation numérique.

Dans la partie expérimentale, une investigation par microtomographie par rayons X a été réalisée sur différentes éprouvettes soumises à une dessiccation. Trois types d'échantillons sont utilisés pour observer l'effet du séchage et les rôles de granulats, soit la pâte de ciment, le mortier et les composites cimentaires. Les structures internes peuvent être distinguées visuellement par différence de contraste d'absorption des rayons X. Des résultats préliminaires sur la forme et l'évolution des fissures dans les différents états de séchage sont montrés distinctement. La méthode de segmentation d'image est employée pour identifier et quantifier le réseau de fissures. La morphologie, la distribution ainsi que la propagation des fissures sont observées directement. Les fissures superficielles apparaissent dans l'éprouvette de la pâte de ciment à cause du gradient hydrique au cours du séchage. Les rôles de granulats sur l'effet du séchage sont également mis en évidence. Dans les composites cimentaires avec des billes en diamètre de 2mm, proches de la taille des sables utilisés dans les bétons, l'effet de retrait empêché par les granulats est remarquable. La rugosité de surface des inclusions et le module d'Young de celles-ci ont des influences importantes sur le degré de fissuration. Bien que la tendance pour les éprouvettes avec billes de Titane ne soit pas si évidente (mais probablement lié à un biais expérimental de détection des fissures pour ce composite particulier, lié au fort contraste d'absorption des rayons X entre Titane et matrice cimentaire), on peut conclure que la quantité de fissures augmente avec le module d'Young d'inclusion. L'interface rugueuse réduit de manière significative le détachement de l'interface, l'apparition de fissures et renforce les liens entre les différents composants. L'analyse quantitative des fissures générées au cours du séchage dans les différentes conditions donne une démonstration plus approfondie de l'impact des divers facteurs. Puis, des essais mécaniques en compression sont réalisés pour comprendre le comportement mécanique de la pâte de ciment et pour le prendre en compte dans l'étude numérique. Une forte dépendance à la pression de confinement des mécanismes de la déformation plastique et d'endommagement par microfissuration, et la transition de la contractance à la dilatance plastique sont mis en évidence par les résultats.

L'étude dans la partie numérique s'est intéressée à la modélisation du comportement hydromécanique sur la fissuration due au séchage de matériaux cimentaires, dans le cadre général de la thermodynamique des milieux poreux partiellement saturés. Un modèle élastoplastique couplé à l'endommagement est utilisé pour le matériau étudié en considérant un mécanisme de déformation plastique appropriée et l'évolution de l'endommagement. Les paramètres du modèle utilisés pour la pâte de ciment sont basés sur les essais mécaniques réalisés. Les résultats obtenus reproduisent de façon satisfaisante la distribution et l'évolution de la pression de liquide et les contraintes dans les matériaux cimentaires soumis au séchage. Les influences du comportement de la matrice et la rigidité de l'inclusion sont bien analysées par l'étude numérique. La présence des granulats entraîne une distribution non uniforme de contraintes. Les valeurs de contrainte sont plus grandes autour des inclusions et entre les inclusions. Les résultats numériques montrent que les valeurs des contraintes augmentent avec l'augmentation de la rigidité des inclusions. La distribution des contraintes et la zone d'écrouissage plastique ainsi que la zone d'endommagement ont une grande cohérence avec la distribution des fissures observées dans nos éprouvettes. Les valeurs des contraintes, d'endommagement et d'écrouissage plastique augmentent progressivement avec l'avancement du séchage, qui montre le développement des fissures. Ces simulations numériques montrent un bon accord avec les résultats de l'expérience et valident la compréhension du mécanisme de fissuration dû à l'effet du séchage.

Les perspectives aux travaux présentés dans ce mémoire sont multiples. Sur l'aspect expérimental, les résultats pour l'éprouvettes avec billes de Titane dans ce travail ne sont pas assez concluants par une impossibilité de détecter à coup sûr toute la fissuration circonférentielle et probablement une partie de la fissuration radiale ou de son ouverture. Ces éléments limitatifs se doublent de l'échelle d'observation retenue sous microtomographie (un peu en deçà de 10  $\mu\text{m}$ ) qui empêche de quantifier les fissures plus fines que cette résolution et des limites des techniques de traitement d'image et de segmentation de la fissuration. En conséquence, des expériences complémentaires devraient être menées, soit en cherchant à limiter l'effet de fort contraste d'absorption des rayons X (choix d'un autre matériau que le Titane tout en gardant une rigidité élevée) ou bien en recourant à d'autres techniques de mesure plus précises (en termes de résolution) pour s'assurer de l'existence ou de l'absence de fissures plus fines, éventuellement en restant à des analyses de surface. En outre, plus d'expériences de séchage sur l'influence de la rigidité des inclusions doivent être effectués à l'avenir pour établir plus précisément l'évolution de la fissuration sans les dilatations thermiques (séchage isotherme) et avec plus d'état de saturation pour une meilleure description de l'évolution de la fissuration uniquement avec la modification de l'humidité relative. Pour réaliser une étude plus complète sur la caractéristique de la fissuration induite par le séchage, plusieurs autres facteurs d'impact sur la fissuration pourraient être pris en compte tels que la forme et fraction volumique de granulat (même si ces effets ont déjà été plus étudiés auparavant) ou les propriétés de la matrice cimentaire. Plus d'expériences mécaniques comme l'essai de traction peuvent être menés pour mieux comprendre le comportement des matériaux cimentaires et pour améliorer les fonctions et les paramètres du modèle. On peut aussi prendre en compte un chargement mécanique extérieur additionnel lors du séchage du matériau. Sur l'aspect numérique, il conviendra de faire des simulations dans des cas des plus complexes et plus complets pour obtenir une description précise de l'évolution de la microfissuration des matériaux cimentaires soumis au séchage, par exemple,

la prise en compte de la température, la prise en compte de couplage fissuration-comportement hydrique ou la prise en compte de l'évolution des fissures à partir de l'analyse quantitative par les résultats obtenus par microtomographie. Un passage à des modélisations 3D directement issues de la géométrie 3D obtenue par microtomographie serait également à envisager. Enfin, l'étude numérique pourrait prendre en compte l'effet de l'interface bille-matrice pour pouvoir modéliser le comportement différentiel entre billes à surface lisse et rugueuse. Des premiers travaux dans cette voie ont été entrepris au cours de cette thèse mais n'ont pas encore abouti.



## Références bibliographiques

P. Acker, Comportement mécanique du béton : apport de l'approche physico-chimique, Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Rapport de Recherche LPC n°152, Paris, 1988.

P. Acker, F.-J. Ulm, Creep and shrinkage of concrete: physical origins and practical measurements. *Nuclear Engineering and Design*, 2001, 203: 143-158.

Z. Agioutantis, E. Chatzopoulou, M. Stavroulaki, A numerical investigation of the effect of the interfacial zone in concrete mixtures under uniaxial compression: The case of the dilute limit, *Cement and Concrete Research*, 30, 2000, p. 715-723.

M.G. Alexander, G. Arliguie, G. Ballivy, A. Bentu, J. Marchand. Engineering and transport properties of the interfacial transition zone in cementitious composites. State of the Art report of RILEM TC 159-ETC and 163-TPZ. RILEM publications SARL, 1999.

AM. Alhozaimy, Effect of absorption of limestone aggregates on strength and slump loss of concrete, *Cem. Concr. Compos.*, 31, 2009, p. 470-473.

Kalliopi K. Aligizaki, Pore structure of cement-based materials: testing, interpretation and requirements, Taylor & Francis, New York, 2006.

E.E. Alonso, A. Gens, A. Josa, A constitutive model for partially saturated soils, *Géotechnique* 40 (3), 1990, p. 405-430.

R.B. Anderson, Modifications of the Brunauer, Emmett and Teller Equation, *J. Am. Chem. Soc.*, 68(4), 1946, p. 686-691.

MM. Attard, S. Setunge, Stress-strain relationship of confined and unconfined concrete, *ACI Mater J*, 93(5), 1996, p. 432-442.

T.B. Aulia, K. Deutschmann, Effect of mechanical properties of aggregate on the ductility of high performance concrete, Leipzig annual civil engineering report (LACER), vol.4, 1999, p. 1333.

V. Baroghel-Bouny, Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons, Thèse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 1994.

V. Baroghel-Bouny, Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials Part I: Essential tool for analysis of hygral behaviour and its relation to pore structure, *Cement and Concrete Research*, 37, 2007, p. 414-437.

V. Baroghel-Bouny, Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials Part II: Essential tool for assessment of transport properties and for durability prediction, *Cement and Concrete Research*, 37, 2007, p.438-454.

J. Baron, « Les retraits de la pâte de ciment » in *Le béton hydraulique : connaissance et pratique*, édité par J. Baron et R. Sauterey, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, p. 485-501, 1982.

- J. Baron, J.-P. Ollivier, *La durabilité des bétons*, Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 1992, p. 25-50.
- E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.H. Halenda, The determination of pore volume and area distributions in porous substances. I. Computations from Nitrogen isotherms. *J. Am. Chem. Soc.*, 73 (1), 1951, p. 373-380.
- J.F. Barrett, N. Keat, Artifacts in ct: Recognition and avoidance<sup>1</sup>, *Radiographics*, 24(6), 2004, p. 1679-1691.
- Z.P. Bažant, Thermodynamics of hindered adsorption and its implications for hardened cement paste and concrete, *Cement and Concrete Research*, 2, 1972, p. 1-16.
- Z.P. Bažant, Mathematical models for creep and shrinkage in concrete, in *Creep and Shrinkage in Concrete Structures*, edited by Z.P. Bažant and F.H. Wittmann, John Wiley and Sons, 1982, p. 163-256.
- Z.P. Bažant, S. Sener, J.K. Kim, Effect of cracking on drying permeability and diffusivity of concrete. *ACI Mater J*, 84, 1986, 351-357.
- M. Beister, D. Kolditz, W.A. Kalender, Iterative reconstruction methods in x-ray ct. *Physica Medica*, 28(2), 2012, p. 94-108.
- F. Benboudjema, *Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitation biaxiales, Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs des centrales nucléaires*, Thèse de Doctorat de l'Université de Marne la Vallée, U.F.R. de Sciences et Technologies, Marne la Vallée, 2002.
- D.P. Bentz, E.J. Garboczi, Percolation of phases in a three-dimensional cement paste microstructural model, *Cement and Concrete Research*, vol.21, 1991, p. 325-344.
- D.P. Bentz, E.J. Garboczi, D.A. Quenard, modelling drying shrinkage in reconstructed porous materials: application to porous Vycor glass, *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, 6, 1998, p. 211-236.
- D.P. Bentz, E.J. Garboczi, Computer modelling of interfacial transition zone: microstructure and properties, *Engineering and transport properties of the interfacial transition zone in cementitious composites*, Kluwer Academic Publishers, vol.5, 1999, p. 349-385.
- D.P. Bentz, S. Mizell, S. Satterfield, J. Devaney, W. George, P. Ketcham, J. Graham, J. Porterfield, D.A. Quenard, F. Vallee, H. Sallee, The Visible Cement Data Set. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 107(2), 2002, p. 137-148.
- D. Bernard and A. Chirazi. *Advances in X-ray Tomography for Geomaterials*, chapter Numerically Enhanced Microtomographic Imaging Method Using a Novel Ring Artefact Filter, pages 119-124. ISTE Ltd, 2006.
- M.A. Biot, General theory of three dimensional consolidation, *J. Appl. Phys.* 12, 1941, p. 155-164.
- M.A. Biot, Theory of elasticity and consolidation for a porous anisotropic solid, *J. Appl. Phys.*, 26, 1955, p. 182-185.
- M.A. Biot, Non linear and semilinear rheology of porous solids, *J. Geophys. Res.* 78(23), 1973, p. 4924-4937.

- NRA. Bird, E. Perrier, M. Rieu, The water retention function for a model of soil structure with pore and solid fractal distribution, *Eur J Soil Sci*, 2000, 51, p. 55–63.
- A.W. Bishop, G.E. Blight, Some aspects of effective stress in saturated and partly saturated soils, *Géotechnique* 13 (3), 1963, p.177–197.
- J. Bisschop, L. Pel, L.G.M. van Mier, Effect of aggregate size and paste volume on drying shrinkage microcracking in cement-based composites, in *Creep, Shrinkage and Durability Mechanics of Concrete and other Quasi-Brittle Materials*, Proc. of CONCREEP-6@MIT, edited by F.-J. Ulm, Z.P. Bazant and F.H. Wittmann, MIT, Boston, USA, 2001, p.75-80.
- J. Bisschop, J.G.M. van Mier, Quantification of shrinkage microcracking in young mortar with fluorescence light microscopy and ESEM, Proc. Of the 7<sup>th</sup> Euroseminar on microscopy applied to building materials, June, DELFT University of Technology, Delft, The Netherlands, 1999, p. 223-232.
- J. Bisschop, JGM. van Mier, How to study drying shrinkage microcracking in cement-based materials using optical and scanning electron microscopy. *Cement and Concrete Research*, 32, 2002, p. 279-287.
- J. Bisschop, JGM. van Mier, Effect of aggregates on drying shrinkage microcracking in cement-based composites, *Materials and Structures*, 35, 2002, p. 453-461.
- B. Bourdette, E. Ringot, J.-P. Ollivier, Modelling of the Transition Zone Porosity, *Cement and Concrete Research*, vol. 25, 1995, p. 741-751.
- A.M. Brandt, *Cement based composites: materials, mechanical properties and performance*, E&FN Spon, UK, 1995.
- D. Breton, A. Carles-Gibergues, G. Ballivy, J. Grandet, Contribution to the formation mechanism of the transition zone between rock-cement paste, *Cement and Concrete Research*, 23, 1993, p. 335-346.
- RH. Brooks, AJ. Corey AJ, Hydraulic properties of porous media, *Hydrol paper3*, Fort Collins, CO: Colo. State Univ.; 1964.
- F. Brue, Rôles de la temperature et de la composition sur le couplage thermo-hydro-mécanique des bétons, these de l'Ecole Centrale de Lille, 2009.
- S. Brunauer, P.H. Emmett, E.J. Teller, Adsorption of gases in multimolecular layers, *J. Amer. Chem. Soc.*, 60, 1938, p. 309.
- N. Burlion, « Technique d'essai et caractérisation expérimentale », in *Comportement mécanique du béton*, édité par G. Pijaudier-Cabot et J.-M. Reynouard, *Traité MIN*, Hermès, Paris, 2002.
- N. Burlion, D. Bernard, D. Chen, X-ray microtomography: Application to microstructure analysis of a cementitious material during leaching process, *Cem. Con. Res.* 36 (2006) 346-357.
- N. Burlion, F. Bourgeois, J. Shao, Effects of desiccation on mechanical behaviour of concrete, *Cem. Concr. Res.* 27 (2005) 367-379.
- H.-J. Butt, K. Graf, M. Kappl, *Physics and chemistry of interfaces*, Wiley-VCH Verlag GmbH&Co. KGaA, Weinheim, 2003.

- H. Cagnon, T. Vidal, A. Sellier, C. Soula, X. Bourbon, G. Camps, Effects of water and temperature variations on deformation of limestone aggregates, cement paste, mortar and High Performance Concrete (HPC), *Cement and Concrete Composites*, 71, 2016, p.131-143.
- G. Camps, Etude des interactions chemo-mécaniques pour la simulation du cycle de vie d'un élément de stockage en béton, these de l'Université de Toulouse, 2008.
- J.-Ph. Carlier, T. Rougelot, N. Burlion, Performance evaluation of models describing sorption isotherm in cementitious materials between saturation and oven dryness, *Construction and Building Materials*, 37, 2012, p. 58-66.
- R.W. Carlson, Drying shrinkage of concrete as affected by many factors, *Am. Soc. Test. Mater. Proc.* 38, 1938, p. 419-437.
- G. Chanvillard, Matériau béton, Connaissances Générales, Les Cours de l'ENTPE, Ed. Aléas, 1999.
- D. Chen, Modélisation du comportement hydromécanique d'un mortier sous compression et dessiccation, Thèse de l'Université de Lille 1, Lille, 2005.
- W.Chen, J. Liu, F. Bure, F. Skoczylas, C.A. Davy, X. Bourbon, J. Talandier, Water retention and gas relative permeability of two industrial concretes, *Cement and Concrete Research*, 42, 2012, p. 1001-1013.
- A.S. Chiarelli, J.F. Shao, N. Hoteit. Modeling of elastoplastic damage behaviour of a claystone, *International Journal of Plasticity*, 19, 2003, p. 23-45.
- G. Christ. Exact treatment of the dual-energy method in ct using polyenergetic x-ray spectra. *Physics in Medicine and Biology*, 29(12) :1501\_1510, 1984. cited By (since 1996) 14.
- P. Cloetens, W. Ludwig, J.-P. Guiga, J. Baruchel, M. Schlenker, and D. Van Dyck. X-Ray Tomography in Material Science, chapter Chapitre 2. Phase contrast tomography, pages 29-44. HERMES Science Publication, 2000.
- MD. Cohen, J. Olek, WL. Dolch, Mechanism of plastic shrinkage cracking in Portland cement and Portland cement-silica fume paste and mortar, *Cement and Concrete research*, vil.20, 1990, p. 103-119.
- H. Colina, P. Acker, Drying cracks: kinematics and scale laws. *Mater Struct*, 33, 2000, p. 101-107.
- R. Cortas, E. Rozière, S. Staquet, A. Hamami, A. Loukili, M.-P. Delplancke-Ogletree, Effect of the water saturation of aggregates on the shrinkage induced cracking risk of concrete at early age, *Cement & Concrete Composites*, 50, 2014, p.1-9.
- O. Coussy, 1991, Mécanique des milieu poreux, Ed. Technip, Paris.
- O. Coussy, 1995, Mechanics of Porous Continua. J. Wiley & Sons.
- O. Coussy, P. Dangla, T. Lassabatere, V. Baroghel-Bouny, The equivalent pore pressure and the swelling and shrinkage of cement-based materials, *Mater. Struct.*, 37, 2004, p.15-20.
- J.H. de Boer, The dynamical character of adsorption, Clarendon press, Oxford, 1953.
- C. de Sa, F. Benboudjema, M. Thiery, J. Sicard, Analysis of microcracking induced by differential drying shrinkage, *Cement & Concrete Composites*, 30, 2008, p. 947-956.

- S. Diamond, The microstructure of cement paste in concrete, VIII International Cong. Chem. Cem., vol. I, Rio de Janeiro, 1986, p. 113-121.
- S. Diamond, Review: mercury porosimetry. An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials, *Cem. Con. Res.* 30, 2000, p.1517-1525.
- W. Dong, X.M. Zhou, Z.M. Wu, G. Kastiukas, Effects of specimen size on assessment of shrinkage cracking of concrete via elliptical rings: This vs. thick, *Computers and Structures*, 2016, In Press.
- H. Elaqla, N. Godin, G. Peix, M. R'Mili, G. Fantozzi, Damage evolution analysis in mortar, during compressive loading using acoustic emission and X-ray micro-tomography: Effects of the sand/cement ratio, *Cem. Concr. Res.* 37(2007) 703-713.
- A. Elsharief, M.D. Cohen, J. Olek, Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone, *Cement and Concrete Research*, 33, 2003, p. 1837-1849.
- R.F. Feldman, P.J. Sereda, A model for hydrated Portland cement paste as deduced from sorption-length change and mechanical properties, *Matériaux et constructions*, vol. 1, n° 6, 1968, p. 509-520.
- E. Gallucci, K. Scrivener, A. Groso, M. Stampanoni, G. Margaritondo, 3D experimental investigation of the microstructure of cement pastes using synchrotron X-ray microtomography, *Cem. Con. Res.* 37 (2007), p. 360-368.
- P. Goltermann, Mechanical predictions of concrete deterioration-Part 2: classification of crack patterns, *ACI Mat. J.*, 92 (1), 1995, p.58-63.
- P. Grassl, HS. Wong, NR. Buenfeld, Influence of aggregate size and volume fraction on shrinkage induced micro-cracking of concrete and mortar. *Cement and Concrete Research*, 40, 2010, p. 85-93.
- F. Grondin, M. Matallah, How to consider the interfacial transition zones in the finite element modelling of concrete? *Cement and Concrete Research*, 58, 2014, 67-75.
- G.D. Halsey, Physical adsorption on non-uniform surface, *J. Chem. Phys.*, 16, 1948, p. 931-937.
- P. Hammersberg, M. Mangard. Correction for beam hardening artefacts in computerised tomography. *Journal of X-Ray Science and Technology*, 8 :75-93, 1998.
- G. Hauss, Microtomographie X de matériaux à comportement pseudo-fragile: identification du réseau de fissures, Thèse de l'Université Bordeaux 1, 2012.
- K. Hayakawa, Murakami, thermodynamical modelling of elastic-plastic damage and experimental validation of damage potential, *Int. J. Damage Mech.*, 16, 1997, p. 333-363.
- N. Hearn, Effect of shrinkage and load-induced cracking on water permeability of concrete, *ACI Materials Journal*, vol. 96, 1999, p. 234-241.
- G. Hedenblad, Drying of construction water in concrete, Swedish council for building research, Stockholm, Sweden, 1997.

- L. Helfen, F. Dehn, P. Mikulik, T. Baumbach, Synchrotron-radiation x-ray tomography: A method for the 3d verification of cement microstructure and its evolution during hydration, *Nanotechnology in construction*, Bartos PJM, Hughes JJ, Trtik P, Zhu W (Eds.) (Royal Society of Chemistry, Cambridge), 2004, p. 89–100.
- T.L. Hill, Theory of physical adsorption, *Adv. Catal.*, 4, 1952, p. 211-258.
- Y. Houst, The role of moisture in the carbonation of cementitious materials, *International Journal of restoration buildings monuments*, 1996, 2, p. 49-66.
- Y. Houst, Le retrait de carbonatation, *Chantiers*, vol. 20, n° 1, 1989, p. 55-60.
- J.Hsieh, *Computed tomography: principles, design, artifacts, and recent advances*, SPIE Press, Washington, USA, 2003.
- T.T.C. Hsu, F.O. Slate, Tensile bond between aggregate and cement paste or mortar, *J. Am. Concr. Inst. Porc.*, 60(2), 1963, p. 465-486.
- J. Hu, P. Stroeven, X-ray absorption study of drying cement paste and mortar, *Cement and Concrete Research*, 33, 2003, p. 397-403.
- M. Husem, The effects of bond strengths between lightweight and ordinary aggregate-mortar, aggregate-cement paste on the mechanical properties of concrete, *Materials Science & Engineering A363*, 2003, p.152-158.
- C.-L. Hwang, J.F. Young, Drying shrinkage Portland cement pastes I Microcracking during drying, *Cement and Concrete Research*, 14, 1984, p. 585-594.
- A. Idiart, J. Bisschop, A. Caballero, P. Lura, A numerical and experimental study of aggregate-induced shrinkage cracking in cementitious composites, *Cement and Concrete Research*, 42, 2012, p.272-281.
- P. Jamet, A. Millard, and G. Nahas, “Triaxial behavior of a micro-concrete complete stress-strain for confining pressures ranging from 0 to 100 MPa.” *Proc., Int. Conf. on Concrete under Multiaxial Conditions*, Presses de l’Université Paul Sabatier, Toulouse, Vol. 1, 1984, p. 133–140.
- H.M. Jennings, a model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste, *Cement and Concrete Research*, 30(1), 2000, p. 101-116.
- H.Jennings, J. Thomas, *Materials of cement science primer*, Northwestern University, Evanston, 2007.
- H.M. Jennings, Refinements to colloid model of C-S-H in cement: CM-II, *Cement and Concrete Research*, 38(3), 2008, p. 275-289.
- O.M. Jensen, P.F. Hansen, Water entrained cement-based materials I, Principles and theoretical background, *Cem. Con. Res.* 31, 2001, p. 647-654.
- Y. Jia, H.B. Bian, G. Dureau, K. Su, J.F. Shao, Hydromechanical modelling of shaft excavation in Meuse/Haute-Marne laboratory, *Physics and Chemistry of the Earth*, 33, 2008, p. s422-s435.

- Y. Jia, H.B. Bian, K. Su, D. Kondo, J.F. Shao, Elastoplastic damage modeling of desaturation and resaturation in argillites. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics* 34 (2), 2010, p. 187–220.
- Y. Jia, X.C. Song, G. Duveau, K. Su, J.F. Shao, Elastoplastic damage modelling of argillite in partially saturated condition and application, *Physics and Chemistry of the Earth*, 32, 2007, p. 656-666.
- C. Jin, Modélisation multi-échelle du comportement mécanique des matériaux cimentaires: effets des agrégats, Thèse de l'Université Lille 1, 2012.
- B. Jonsson, H. Wennerstrom, A. Nonat, B. Cabanne, Onset of cohesion in cement paste, *Langmuir*, vol. 20, 2004, p. 6702-6708.
- J.W. Ju, On energy based coupled elastoplastic damage theories: constitutive modelling and computational aspects, *Int. J. Solids Structures*, 25(7), 1989, p. 803-833.
- A.C. Kak, M. Slaney, Principles of computerized tomographic imaging, IEEE Press, 1988.
- SC. Kheruka, UC. Naithani, AK. Maurya, NK. Painuly, LM. Aggarwal, S. Gambhir, A study to improve the image quality in low-dose computed tomography (SPECT) using filtration, *Indian J Nucl Med*, 26 (1), 2011, p. 14-21.
- K.Y. Kim, T.S. Yun, K.P. Park, Evaluation of pore structures and cracking in cement paste exposed to elevated temperatures by X-ray computed tomography, *Cement and Concrete Research*, 50, 2013, p. 34-40.
- K. Kosugi, General model for unsaturated hydraulic conductivity for soils with log-normal pore-size distribution, *Soil Sci Soc Am J*, 1999, 63, p. 270–277.
- K. Koubar, Amélioration du calcul de la masse osseuse par micro-tomodensitométrie X: prise en compte des phénomènes physiques, Thèse de l'Université de Strasbourg, 2013.
- K. Kovler, S. Zhutovsky, Overview and future trends of shrinkage research, *Materials and Structures*, 39, 2006, p. 827-847.
- Y. Kyriakou, W. Kalender, Efficiency of antiscatter grids for flat-detector ct, *Phys. Med. Biol.*, 52(20), 2007, 6275-6293.
- F. Lagier, X. Jourdain, C. De Sa, F. Benboudjeme, J.B. Colliat, Numerical strategies for prediction of drying cracks in heterogeneous materials: comparison upon experimental results, *Engineering Structures*, 33, 2011, p.920-931.
- E.N. Landis, E.N. Nagy, Three-dimensional work of fracture for mortar in compression, *Eng. Fract. Mech.* 65(2000) 223-234.
- E.N. Landis, E.N. Nagy, D.T. Keane. Microstructure and fracture in three dimensions, *Eng. Fract. Mech.* 70(2003) 911-925.
- E.N. Landis, T. Zhang, E.N. Nagy, W.R. Franklin, Cracking, damage and fracture in four dimensions, *Materials and structures*, 40, 2006, p. 357-364.
- I. Langmuir, The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum, *J. Am. Chem. Soc.*, 40, 1918, p. 1361-1402.

- M.H. Le Châtelier, *Recherches expérimentales sur la constitution des mortiers hydrauliques*, Dunod, 1904.
- L.A. Lehmann, R.E. Alvarez, A. Macovski, W.R. Brody, N.J. Pelc, S.J. Riederer, A.L. Hall, Generalized image combinations in dual kvp digital radiography, *Medical Physics*, 8 (5), 1981, p. 659-667.
- H. Loosveldt, Z. Lafhaj, F. Skoczylas, Experimental study of gas and liquid permeability of a mortar, *Cement and Concrete Research*, 32, 2002, p.1357-1363.
- R. Loser, B. Münch, P. Lura, A volumetric technique for measuring the coefficient of thermal expansion of hardening cement paste and mortar, *Cem. Concr. Res.*, 40(7), 2010, p. 1138-1147.
- S. Lu, E.N. Landis, D.T. Keane, X-ray microtomographic studies of pore structure and permeability in Portland cement concrete, *Materials and Structures*, 39 (2006), p. 611-620.
- J.B.A. Maintz, M.A. Viergever. A survey of medical image registration. *Medical Image Analysis*, vol. 2, no. 1, 1998, p. 1-36.
- I. Maruyama, H. Sasano, M. Lin, Impact of aggregate properties on the development of shrinkage-induced cracking in concrete under restraint conditions, *Cement and Concrete Research*, 85, 2016, p. 82-101.
- J.-C. Maso, The bond between aggregates and hydrated cement pastes, 7th Int. Cong. On the Chem. Of Cement, Paris, France, 3, 1980, p. VII-1/3 à VII-1/15.
- J. Mazars, 1984, Application de la mécanique de l'endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton de structure. Thèse de l'Université Paris 6, France.
- P.J.M. Monteiro, Improvement of the aggregate-cement paste transition zone by grain refinement of hydration products, 8th Int. Cong. On the Chem. Of Cement, Rio, Brasilia, 3, 1986, p.433-437.
- O. Nalcioglu, R.Y. Lou, Post-reconstruction method for beam hardening in computerised tomography, *Physics in Medicine and Biology*, 24 (2), 1979, p. 330-340.
- F. Natterer, Numerical methods in tomography, *Acta Num.* 8, 1999, p. 107-141.
- A.M. Neville, *Propriétés des bétons*, Eyrolles, Paris, France, 2000.
- JB. Newman, *Concrete under complex stress*, Departement of Civil Engineering, Imperial College of Science and Technology, London, UK, 1979.
- V. Noblet, Recalage non rigide d'images cérébrales 3D avec contrainte de conservation de la logie, Université Strasbourg-I, Strasbourg, 2006.
- T. Okajima, T. Ishikawa, K. Ichise, Moisture effect on the mechanical properties of cement mortar, *Transactions of the Japan Concrete Institute*, vol. 2, 1980, p. 125-132.
- J.-P. Ollivier, J. Grandet, Processus de formation de l'aurole de transition, *Liasion pâtes de ciment matériaux associés*, Coll. Int., Toulouse, France, 1982, p. A14-22.
- G. Peix, P. Duvauchelle, and N. Freud. *X-Ray Tomography in Material Science*, chapter Chapitre 1. General principles, pages 15-27. HERMES Science Publication, 2000.

- R.J.-M. Pellenq, M. Crespin, N. Lequeux, C. Menager, L. Costalin, A. Delville, J.-M. Caillol, H. Van Damme, A (NTV) Monte-Carlo study of the stability of charged interfaces application to cement and clay minerals, Second Rilem Workshop on Hydration and Setting *Why dose cement set ?*, Rilem Editions, 1997.
- C. Peng, Apports de l'analyse microtomographique dans la modélisation des effets du séchage des matériaux à matrice cimentaire, Thèse de l'Université de Lille 1, 2009.
- CG. Pereira, J. Castro-Gomes, L. Pereira de Oliveira, Influence of natural coarse aggregates size, mineralogy and water content on the permeability of structural concrete, *Constr. Build. Mater.*, 23, 2009, p.602-608.
- V. Picandet, influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité et sur la diffusivité hydrique des bétons, Thèse de l'Université de Nantes, Nantes, 2001.
- S. Pietruszczak, J. Jiang, F.A. Mirza, "An elastoplastic constitutive model for concrete." *Int. J. Solids Struct.*, 24(7), 1988, p. 705–722.
- M. Pigeon, Microstructure et résistance au gel des ciments et bétons, Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie, Paris, 1984.
- S.E. Pihlajavaara, A review of some of the main results of a research on the ageing phenomena of concrete, effect of moisture conditions on strength, shrinkage and creep of mature concrete, *Cement and Concrete Research*, 4, 1974, p. 761-771.
- X. Ping, J.J. Beaudoin, R. Brousseau, Effect of aggregate size on transition zone properties at the Portland cement paste interface, *Cement and Concrete Research*, vol.21, 1991, p. 999-1005.
- C. Poinard, E. Piotrowska, Y. Malecot, L. Daudeville, E.N. Landis, Compression triaxial behavior of concrete: the role of the mesostructure by analysis of X-ray tomographic images, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, Vol.16, Supp.1, 2012, p.115-136.
- G. Pons, Caractérisation du comportement différé des bétons: de la réalité du matériau à la note de calcul, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, Spécial XX, 1998, p. 61-71.
- S. Popovics, Effect of curing method and moisture condition on compressive strength of concrete, *ACI Journal*, 83(4), 1986, p. 650-657.
- T.C. Powers, Mechanism of shrinkage and reversible creep of hardened cement paste, *Proceedings of conference on structure of concrete and its behaviour under load*, Cement and Concrete Association, Londres, 1968, p. 319-344.
- T.C. Powers, The specific surface area of hydrated cement obtained from permeability data, *Materials and Structures*, 12, 1979, p. 159-168.
- T.C. Powers, T.L. Brownyard, Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste, *Bull. 22, Res. Lab. Of Portland Cement Association*, Skokie, IL, U.S.A., reprinted from *J. Am. Concr. Inst. (Proc.)*, vol. 43, 1947.
- M. Quintard, Determination of permeabilities tensors for two-phase flow in homogeneous porous media, *Transport in Porous media*, 24 , 1996, p.107-137.

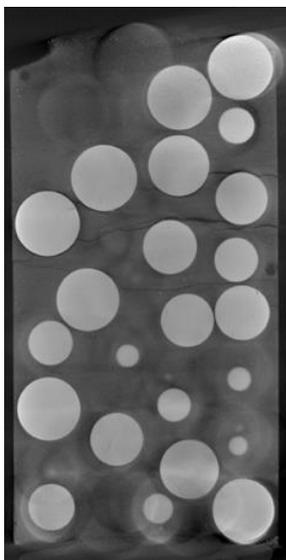
- K. Remeysen, R. Swennen, Beam hardening artifact reduction in microfocus computed tomography for improved quantitative coal characterization, *International Journal of Coal Geology*, 67, 2006, p. 101-111.
- J. Rinkel, L. Gerfault, F. Esteve, J.M. Dinten, A new method for x-ray scatter correction : first assessment on a cone-beam ct experimental setup, *Phys. Med. Biol.*, 52(15), 2007, p. 4633-4652.
- T. Rougelot, Etude expérimentale multi-échelles des couplages hydriques, mécaniques et chimiques dans les matériaux cimentaires, Thèse de Université de Lille 1, Lille, 2008.
- T. Rougelot, N. Burlion, D. Bernard, F. Skoczylas, About microcracking due to leaching in cementitious composites: X-ray microtomography description and numerical approach, *Cem. Concr. Res.* 40(2010) 271-283.
- T. Rougelot, F. Skoczylas, N. Burlion, Water desorption and shrinkage in mortars and cement pastes: experimental study and poromechanical model, *Cem Concr Res*, 2009, 39(1), p. 36-44.
- S. Sabri, J.M. Illston, Immediate and delayed thermal expansion of hardened cement paste, *Cement and Concrete Research*, 12, 1982, p.199-208.
- R. Scavuzzo, T. Stankowski, K.H. Gerstle, H.Y. Ko, Stress-strain curves for concrete under multiaxial load histories, NSF CME-80-01508, Departement of Civil Engineering, University of Colorado, Boulder, 1983.
- J. Schock, S. Liebl, K. Achterhold, F. Pfeiffer, Obtaining the spacing factor of microporous concrete using high-resolution Dual Energy X-ray Micro CT, *Cement and Concrete Research*, 89, 2016, p. 200-205.
- K.L. Scrivener, A. Bentur, P.L. Pratt, Quantitative characterisation of the transition zone in high-strength concrete, *Advances in Cement Research.*, vol. 1, n° 4, 1988, p. 230-237.
- K.L. Scrivener, K.M. Nemati, The percolation of pore space in the cement paste/aggregate interfacial zone of concrete, *Cement and Concrete Research*, Vol.26 (1), 1996, p. 35-40.
- J.A. Seibert, J.M. Boone, X-ray scatter removal by deconvolution, *Medical physics*, 15(4), 1988, p. 567-575.
- E.J. Sellevold, Ø. Bjøntegaard, Coefficient of thermal expansion of cement paste and concrete: mechanisms of moisture interaction, *Mater. Struct.*, 39(9), 2006, p.809-815.
- A. Seret, M. Hoebeke, *Imagerie médicale*, Editions de l'ULG, Belgique, 2006, p. 56.
- D. Sfer, I. Carol, R. Gettu, G. Etse, Study of the behaviour of concrete under triaxial compression, *J. Eng. Mech.*, 128(2), 2002, 156–163.
- J.F. Shao, Y. Jia, D. Kondo, A.S. Chiarelli, A coupled elastoplastic damage model for semi-brittle materials and extension to unsaturated conditions. *Mechanics of Materials* 38, 2006, p. 218–232.
- T. Shiotani, J. Bisschop, J.G.M. Van Mier. Temporal and spatial development of drying shrinkage cracking in cement-based materials. *Engineering fracture Mechanics*, 70, 2003, 1509-1525.

- V. Sicard, R. Francois, E. Ringot, G. Pons, Influence of creep and shrinkage on cracking in high strength concrete, *Cement and Concrete Research*, vol.22, 1992, p. 159-168.
- K.S.W. Sing, D.H. Everett, R.A.W. Haul, L. Moscou, R.A. Pierotti, J. Rouquerol, T. Siemieniewska (I.U.P.A.C), Reporting physisorption data for gas/solide systems with special reference to the determination of surface area and porosity, *Pure and Applied Chemistry* 57 (1985) p. 603-619.
- F. Skoczylas, N. Burlion, I. Yurtdas, About drying effects and poro-mechanical behaviour of mortars, *Cement& Concrete Composites*, 29, 2007, p. 383-390.
- D. Snoeck, J. Dewanckele, V. Cnudde, N. De Belie, X-ray computed microtomography to study autogenous healing of cementitious materials promoted by superabsorbent polymers, *Cement and Concrete Composites*, 65,2016, p. 83-93.
- S.R. stock, N.K. Naik, A.P. Wilkinson, K.E. Kurtis, X-ray microtomography (microCT) of the progression of sulphate attack of cement paste, *Cem. Con. Res.* 32 (10) (2002) 1673-1675.
- M. Szczesniak, T. Rougelot, N. Burlion, J.-F. Shao, Compressive strength of cement-based composites: Roles of aggregate diameter and water saturation degree, *Cement&Contrete Composites*, 37, 2013, p. 249-258.
- H.F.W. Taylor, Proposed structure for calcium silicate hydrate gel, *J Am Ceram Soc* 69 (6), 1986, p. 464–467.
- J. Therrien, B. Bissonnette, A. Cloutier, « Early-age evolution of the mass transfer properties in mortar and its influence upon ultimate shrinkage », in *Shrinkage of Concrete*, Proc. Of the Int. RILEM Workshop, edited by V. Baroghel-Bouny and P.-C. Aitcin, RILEM Publications PRO 17, Paris, 2000, p. 247-268.
- C. Thiery, Tomographie à rayons X, *Techniques de l'Ingénieur*, P950, 2013, p. 1-36.
- J.-M. Torrenti, Comportement multiaxial du béton: aspects expérimentaux et modélisation, Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Pons et Chaussées, Paris, 1987.
- P. Trtik, P. Stähli, E.N. Landis, M. Stampanoni, J.G.M. van Mier, Microtensile and 3D imaging of hydrated Portland cement, *FRAMCOS-6, Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures*, Eds. By A. Carpinteri, P. Gambarova, G. Ferro, G. Plizzari, Taylor & Francis Group, London, UK, 2007, p. 1807-1814.
- E.E. Underwood, *Quantitative stereology*, Readin (MA), Addison-Mesley publishing company, 1968.
- B. Van Belleghem, R. Montoya, J. Dewanckele, N. Van den Steen, I. De Graeve, J. Deconinck, V. Cnudde, K. Van Tittelboom, N. De Belie, Capillary water absorption in cracked and uncracked mortar – A comparison between experimental study and finite element analysis, *Construction and Building Materials*, 110, 2016, p. 154-162.
- E. Van de Castele, D. Van Dyck, J. Sijbers, and E. Raman. A model-based correction method for beam hardening artefacts in x-ray microtomography. *Journal of X-ray science and technology*, 12 (1), 2004, p. 53-57.
- MTh. van Genuchten, A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Soil Sci Soc Am J*, 44, 1980, 892-898.

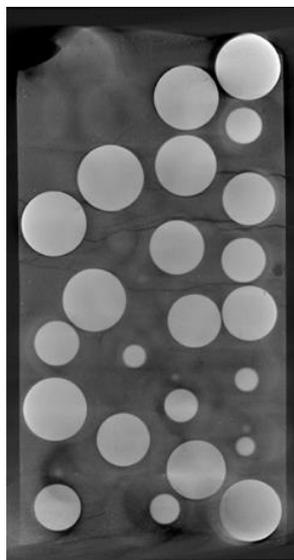
- G.J. Verbeck, Carbonation of hydrated Portland cement, ASTM Special Publication, 205, 1958, p. 17-36.
- G.J. Verbeck, R.H. Helmuth, structures and physical properties of hardened cement paste, 5<sup>th</sup> international symposium on the Chemistry of Cement, Tokyo, 3, 7-1, 1968, p. 1-11.
- G.Z. Voyiadjis, Z.N. Taqieddin, P.I. Kattan, Anisotropic damage-plasticity model for concrete, International Journal of Plasticity 24, 2008, p. 1946–1965.
- KS. Wan, Y. Li, W. Sun, Application of tomography for solid calcium distributions in calcium leaching cement paste, Constr Build Mater, 36, 2012, p. 913-917.
- L.B. Wang, J.D. Frost, G.Z. Voyiadjis, T.P. Harman, Quantification of damage parameters using X-ray tomography images, Mech. Mater. 35(8), 2003, p. 777-790.
- F.H. Wittmann, surface tension, shrinkage and strength of hardened cement paste, Materials and Structures 1, 1968, p. 547-552.
- F.H. Wittmann, Etude de la force d'adhésion en fonction du mouillage. Colloque RILEM « liaisons de contact dans les matériaux composites utilisés en génie civil », Toulouse, France, 1972, p. 174-184.
- F.H. Wittmann, The structure of hardened cement paste—A basis for a better understanding of the materials properties, in: Hydraulic Cement Pastes: Their Structure and Properties. Cement and Concrete Association, Slough, United Kingdom, 1976, p. 96–117.
- H.S. Wong, M. Zobel, N.R. Buenfeld, and R.W. Zimmerman, The influence of the interfacial transition zone and microcracking on the diffusivity, permeability and sorptivity of cement-based materials after drying. Magazine of Concrete Research, 61(8), 2009, 571-589.
- H. Yang, comportement hydromécanique des bétons sous pressions de confinement faible et élevée, Thèse de Université de Lille 1, Lille, 2011.
- I. Yurtdas, Couplage comportement mécanique et dessiccation des matériaux à matrice cimentaire : étude expérimentale sur mortiers, Thèse de Université de Lille 1, Lille, 2003.
- I. Yurtdas, N. Burlion, F. Skoczylas, Triaxial mechanical behaviour of mortar: effects of drying, Cem. Concr. Res. 34, 2004, p. 1131-1143.
- Q. Zeng, K. Li, T. Fen-Chong, P. Dangla, Effect of porosity on thermal expansion coefficient of cement pastes and mortars, Constr. Build. Mater., 28(1), 2012, p. 468-475.
- J. Zheng, X. Zhou, X. Jin, An  $n$ -layered spherical inclusion model for predicting the elastic moduli of concrete with inhomogeneous ITZ, Cement and Concrete Composites, 34, 2012, p. 716-723.
- H. Zhou, H.B. Bian, Y. Jia, J.F. Shao, Elastoplastic damage modeling the mechanical behavior of rock-like materials considering confining pressure dependency. Mechanics Research Communications 53, 2013, p. 1-8.
- M. Torsæter, J. Todorovic, A. Lavrov. Structure and debonding at cement-steel and cement-rock interfaces: Effet of geometry and materials, Const. build. Mater., 96, 2015, p. 164-171.

## Annexe I

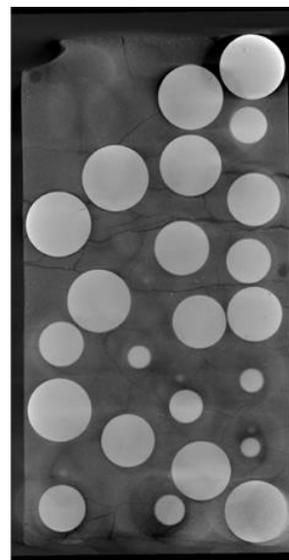
Coupes microtomographiques verticales à différentes étapes de séchage pour différents échantillons



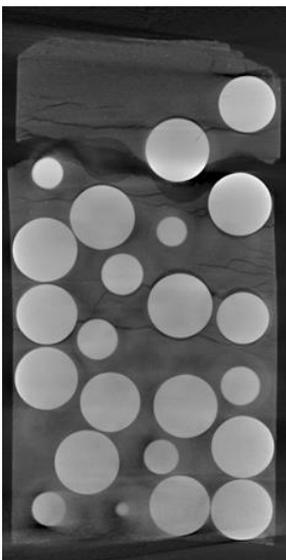
Ti-112-R (En saturé)



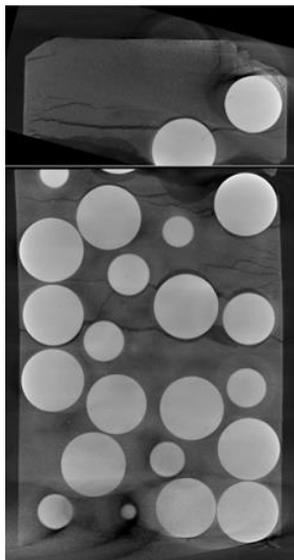
Ti-112-R (T=20°C HR=12%)



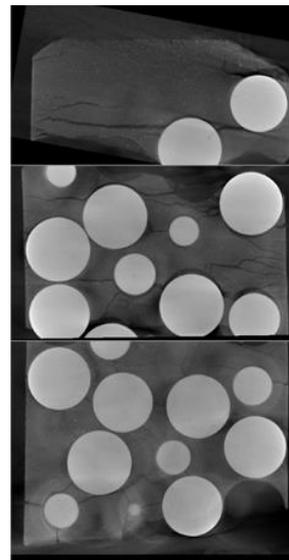
Ti-112-R (T=105°C)



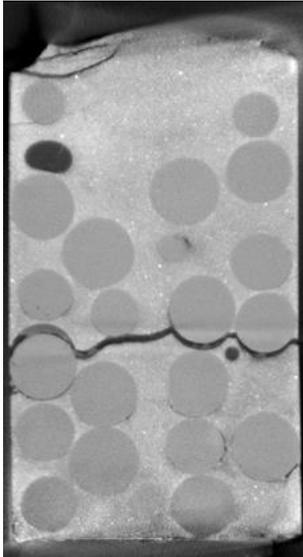
Ti-112-L (En saturé)



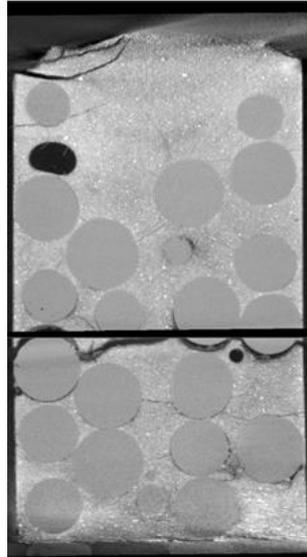
Ti-112-L (T=20°C HR=12%)



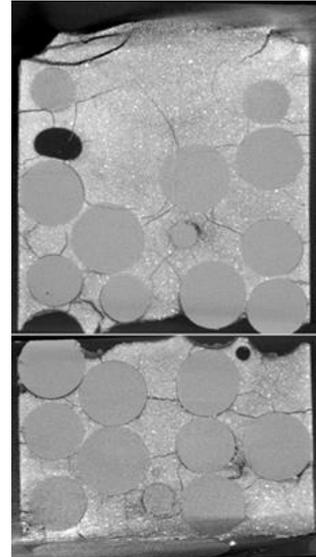
Ti-112-L (T=105°C)



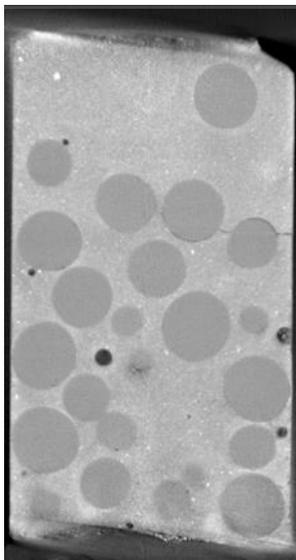
Ver-68-R (En saturé)



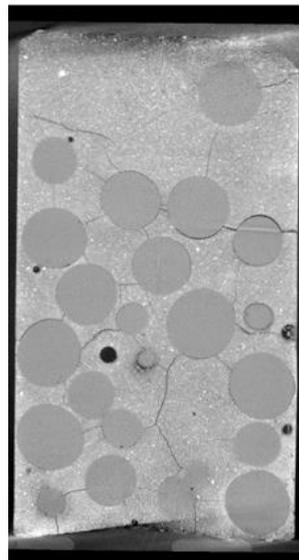
Ver-68-R (T=20°C HR=12%)



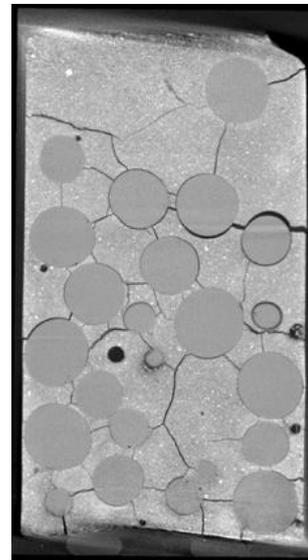
Ver-68-R (T=105°C)



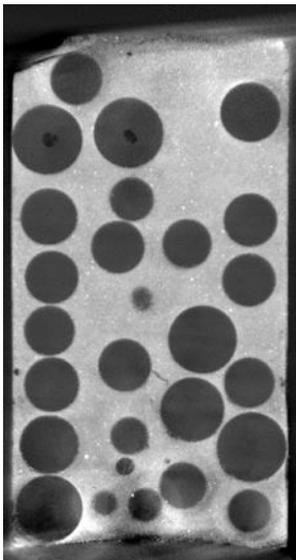
Ver-68-L (En saturé)



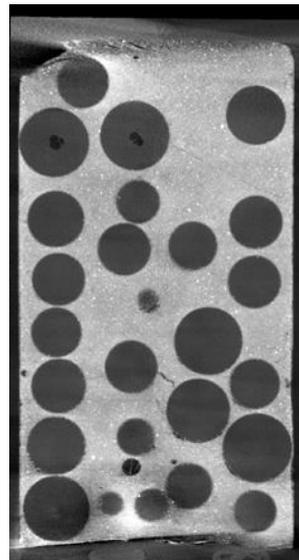
Ver-68-L (T=20°C HR=12%)



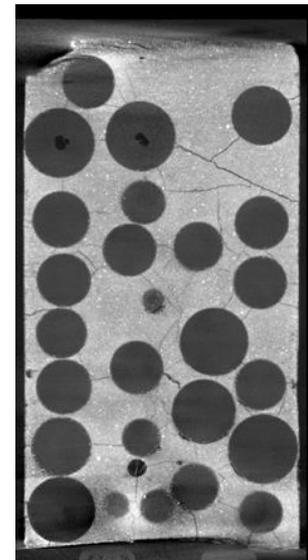
Ver-68-L (T=105°C)



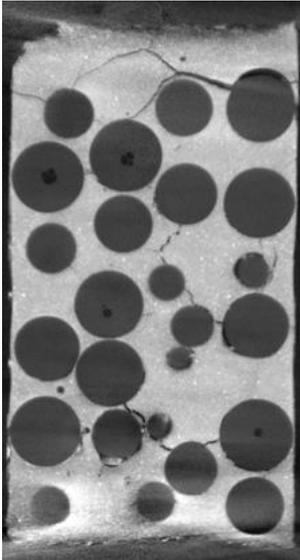
Pom-3-R (En saturé)



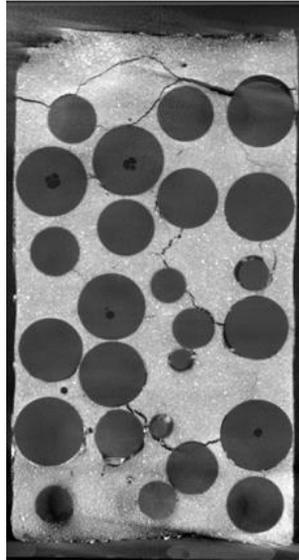
Pom-3-R (T=20°C HR=12%)



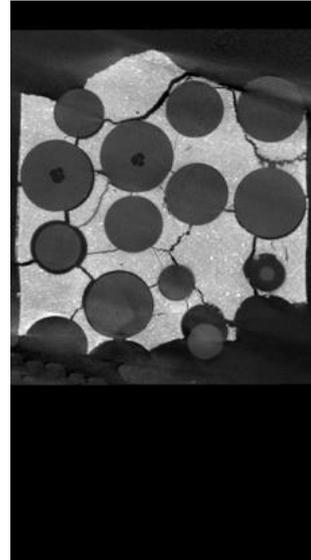
Pom-3-R (T=105°C)



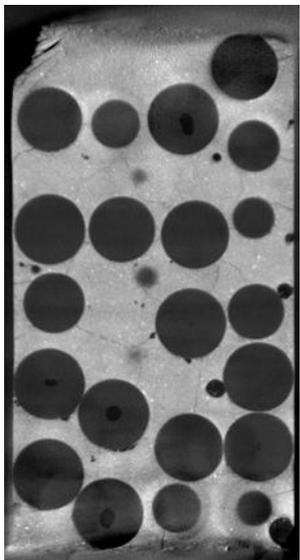
Pom-3-R (En saturé)



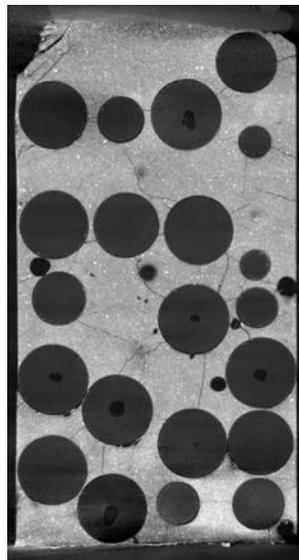
Pom-3-R (T=20°C HR=12%)



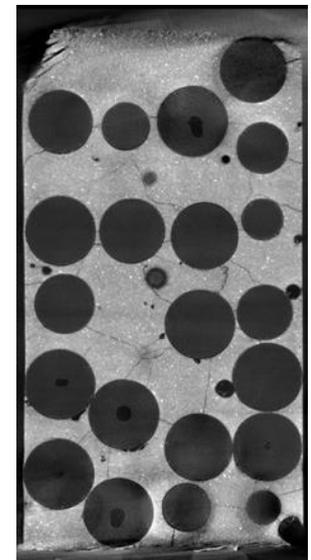
Pom-3-R (T=105°C)



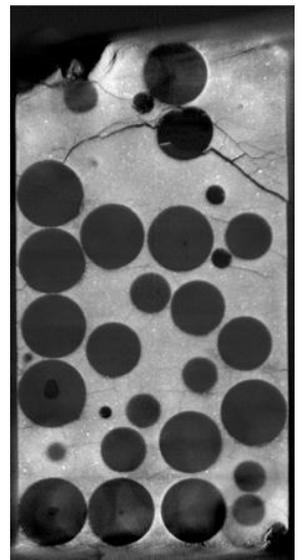
Pam-2-L (En saturé)



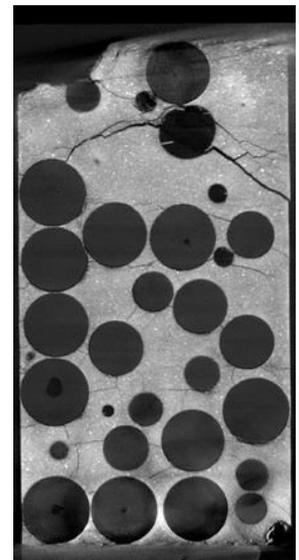
Pam-2-L (T=20°C HR=12%)



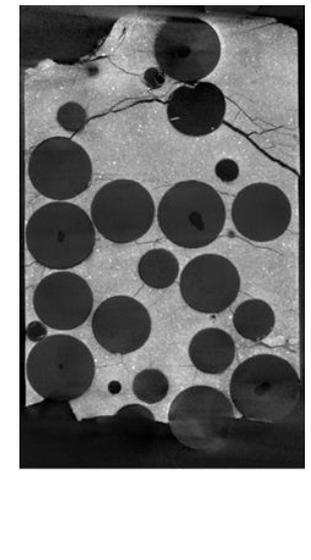
Pam-2-L (T=105°C)



Pam-2-L (En saturé)



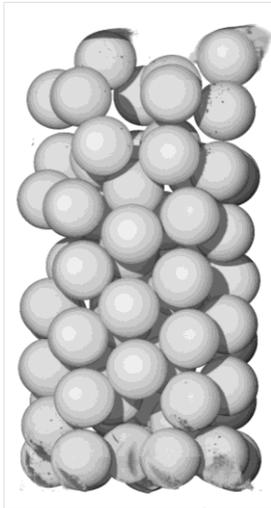
Pam-2-L (T=20°C HR=12%)



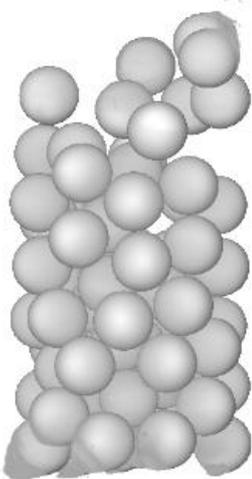
Pam-2-L (T=105°C)

# Annexe II

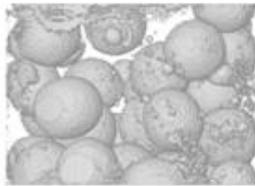
Distribution réelle des billes dans différentes éprouvettes



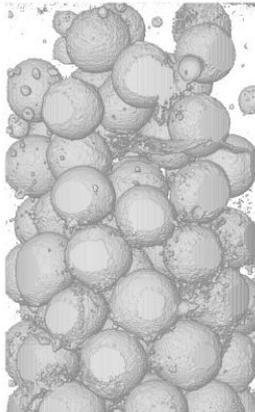
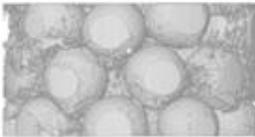
Ti-112-R



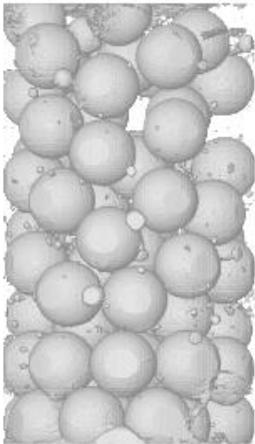
Ti-112-L



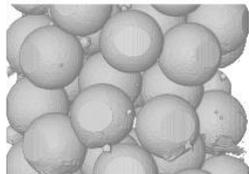
Ver-68-R



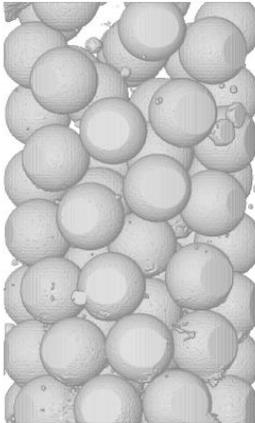
Ver-68-L



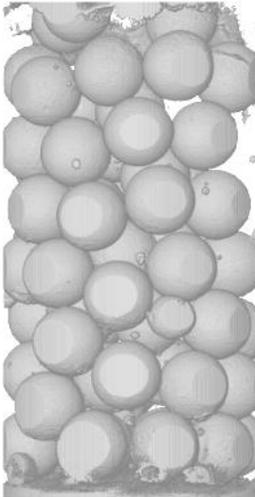
Pam-2-R



Pam-2-L



Pom-3-R



Pom-3-L

## Annexe III

Distribution de l'intensité des niveaux de gris dans les coupes de la Fig 2.21

