

NNT : 2013 EMSE 0690

THÈSE

présentée par

Tien Dung NGUYEN

pour obtenir le grade de

Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des matériaux

**ETUDE DE LA ZONE D'INTERPHASE « GRANULATS CALCAIRES
POREUX-PATE DE CIMENT » : INFLUENCE DES PROPRIETES
PHYSICO-MECANIKES DES GRANULATS ; CONSEQUENCE SUR
LES PROPRIETES MECANIKES DU MORTIER.**

soutenue à Alès, le 22 mai 2013

Membres du jury

Président :	Martin CYR	Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse
Rapporteurs :	Ahmed LOUKILI	Professeur, École Centrale de Nantes, Nantes
	Sébastien REMOND	Professeur, École des Mines de Douai, Douai
Examineur(s) :	Philippe DEVILLERS	Maître assistant, École des Mines d'Alès, Alès
Directeur(s) de thèse :	Eric GARCIA-DIAZ	Professeur, École des Mines d'Alès, Alès
	Dominique GOEURIOT	Directeur de recherche, École des Mines de Saint-Etienne, Saint-Etienne

Spécialités doctorales :
 SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX
 MECANIQUE ET INGENIERIE
 GENIE DES PROCEDES
 SCIENCES DE LA TERRE
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES
 INFORMATIQUE
 IMAGE, VISION, SIGNAL
 GENIE INDUSTRIEL
 MICROELECTRONIQUE

Responsables :
 K. Wolski Directeur de recherche
 S. Drapier, professeur
 F. Gruy, Maître de recherche
 B. Guy, Directeur de recherche
 D. Graillot, Directeur de recherche
 O. Roustant, Maître-assistant
 O. Boissier, Professeur
 J.C. Pinoli, Professeur
 A. Dolgui, Professeur

EMSE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

AVRIL	Stéphane	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	PR2	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BENABEN	Patrick	PR1	Sciences et génie des matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean Pierre	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaid	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR1	Informatique	FAYOL
BORBELY	Andras	MR(DR2)		SMS
BOUCHER	Xavier	PR2	Génie Industriel	FAYOL
BRODHAG	Christian	DR	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BURLAT	Patrick	PR2	Génie Industriel	FAYOL
COLLOT	Philippe	PR0	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR0	Génie des Procédés	DIR
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences et génie des matériaux	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR1	Génie Industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	CR	Image Vision Signal	CIS
DELAFOSSE	David	PR1	Sciences et génie des matériaux	SMS
DESRAYAUD	Christophe	PR2	Mécanique et ingénierie	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR0	Génie Industriel	FAYOL
DRAPIER	Sylvain	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
FEILLET	Dominique	PR2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR1	Sciences et génie des matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR0	Sciences et génie de l'environnement	DIR
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-jacques	MR(DR2)	Informatique	FAYOL
GOEURIOT	Dominique	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et génie de l'environnement	SPIN
GROSSEAU	Philippe	DR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	PR1	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	DR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HAN	Woo-Suck	CR		SMS
HERRI	Jean Michel	PR1	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR2	Microélectronique	CMP
KLOCKER	Helmut	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
LAFORREST	Valérie	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et ingénierie	FAYOL
LI	Jean Michel		Microélectronique	CMP
MALLIARAS	Georges	PR1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
MONTHEILLET	Franck	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR2	Génie des Procédés	DFG
PIJOLAT	Christophe	PR0	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean Charles	PR0	Image Vision Signal	CIS
ROUSTANT	Olivier	MA(MDC)		FAYOL
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et génie des matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	CMP
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean Paul	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
WOLSKI	Krzystof	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR1	Informatique	CIS

ENISE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

FORTUNIER	Roland	PR	Sciences et Génie des matériaux	ENISE
BERGHEAU	Jean-Michel	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
DUBUJET	Philippe	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
LYONNET	Patrick	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
SMUROV	Igor	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
ZAHOUANI	Hassan	PU	Mécanique et Ingénierie	ENISE
BERTRAND	Philippe	MCF	Génie des procédés	ENISE
HAMDI	Hédi	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
KERMOUCHE	Guillaume	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
RECH	Joël	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
TOSCANO	Rosario	MCF	Mécanique et Ingénierie	ENISE
GUSSAROV	Andrey	Enseignant contractuel	Génie des procédés	ENISE

PR 0	Professeur classe exceptionnelle	Ing.	Ingénieur
PR 1	Professeur 1 ^{ère} classe	MCF	Maître de conférences
PR 2	Professeur 2 ^{ème} classe	MR (DR2)	Maître de recherche
PU	Professeur des Universités	CR	Chargé de recherche
MA (MDC)	Maître assistant	EC	Enseignant-chercheur
DR	Directeur de recherche	IGM	Ingénieur général des mines

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
FAYOL	Institut Henri Fayol
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du pôle « Matériaux et Structure du Génie Civil » du Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA) de l'École des Mines d'Alès.

Je tiens en premier lieu à remercier Messieurs Ahmed LOUKILI et Sébastien REMOND qui ont accepté la lourde tâche d'être rapporteurs de ce travail. Je remercie également Monsieur Martin CYR et Madame Dominique GOEURIOT pour leur participation au jury de cette thèse.

J'adresse mes sincères remerciements, de tout mon cœur, à mon directeur de thèse Monsieur Eric GARCIA-DIAZ, pour ses immenses compétences scientifiques, ses conseils « en or » et ses corrections qui ont beaucoup apporté à mon travail. Tout ce travail n'aurait abouti sans son soutien et ses encouragements constants. J'ai énormément apprécié ses nombreuses qualités humaines parmi lesquelles notamment son enthousiasme et sa très grande gentillesse.

J'exprime ma profonde gratitude à mon encadrant Monsieur Philippe DEVILLERS. Je lui adresse toute ma reconnaissance pour ses réflexions scientifiques et ses nombreux conseils qui ont contribué au bon avancement de ce travail. J'ai notamment grandement apprécié ses remarques et ses relectures attentives de cette thèse.

J'exprime mes chaleureux remerciements à mon ex-directeur de thèse Monsieur Pierre GAUDON pour m'avoir accueilli au sein du C2MA et pour ses compétences scientifiques, sa très grande gentillesse et son sourire.

Un très grand merci à l'ensemble des personnes du C2MA et notamment à Christian BUISSON, Jean-Marie TAULEMESSE, Alain DIAZ, Gwenn LESAOUT, Marc LONGEREY, Sylvie CRUVELLIER et Hossein VAHABI.

Je tiens également à exprimer mes remerciements à mon « voisin » Nicolas CONCHA-LOZANO pour les échanges que nous avons pu avoir concernant la partie « analyse d'images » ainsi que pour sa gentillesse et son amitié.

Un merci très spécial à tous mes amis vietnamiens et surtout à ma « famille vietnamienne » à l'École des Mines d'Alès : Thao, Liem, Thang, Hang, Luong, Huyen, Mai, Tan, Son, Binh, Khang, Linh, Quyen pour leur soutien moral et pour tous les moments inoubliables passés ensemble.

Enfin, je voudrais exprimer toute ma reconnaissance à ma chère famille au Vietnam et spécialement à mes parents, ma sœur Binh, mon beau-frère Tien, ma nièce Lan « Bong » pour leur amour profond et leur soutien inconditionnel.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	5
CHAPITRE I. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	9
I.1. Importance de la liaison « granulat-matrice cimentaire » vis-à-vis du comportement mécanique du béton	10
I.2. Description minéralogique classique de la zone d'interphase	12
I.3. Mécanisme de formation de la zone d'interphase	15
I.3.1. Effet de paroi	15
I.3.2. Effet du micro-ressuage	17
I.3.3. Croissance unilatérale	18
I.3.4. Transport de portlandite	19
I.4. Gradient des propriétés dans la zone d'interphase	21
I.4.1. Gradient des anhydres dans la zone d'interphase	21
I.4.2. Gradient de la portlandite dans la zone d'interphase	23
I.4.3. Gradient du rapport CaO/SiO ₂ dans la zone d'interphase	25
I.4.4. Gradient de la porosité dans la zone d'interphase	27
I.4.5. Gradient du rapport E/C initial dans la zone d'interphase	28
I.5. Influence des propriétés physiques des granulats sur la zone d'interphase	31
I.5.1. Granulats naturels peu poreux	32
I.5.2. Granulats artificiels poreux	34
I.6. Effet de la minéralogie des granulats sur la zone d'interphase	40
I.7. Conclusion	41
CHAPITRE II. METHODOLOGIE EXPERIMENTALE	43
II.1. Introduction	44
II.2. Roches retenues pour le travail de recherche	44
II.2.1. Présentation des roches utilisées	44

II.2.2.	Étude minéralogique	47
II.2.3.	Caractéristiques physiques des roches.....	52
II.2.4.	Fabrication des pierres pour les composites	62
II.2.5.	Mesure de l'état de surface des pierres	64
II.2.6.	Fabrication des granulats pour les mortiers	69
II.2.7.	Granulométrie et absorption d'eau des sables	72
II.3.	Ciment	76
II.3.1.	Ciment utilisé.....	76
II.3.2.	Compositions des pâtes de ciment.....	76
II.3.3.	Préparation des pâtes de ciment.....	77
II.3.4.	Résistance en traction des pâtes de ciment	77
II.4.	Fabrication des composites « roche-pâte de ciment »	77
II.4.1.	Compositions des composites « roche-pâtes de ciment »	77
II.4.2.	Composite pour l'essai de traction	79
II.4.3.	Composite pour l'essai de cisaillement	83
II.5.	Fabrication des mortiers	86
II.5.1.	Composition des mortiers	86
II.5.2.	Malaxage du mortier	88
II.5.3.	Moulage et conservation des éprouvettes.....	89
II.5.4.	Essais mécaniques réalisés sur les éprouvettes 4 x 4 x 16 cm ³	89
II.6.	Caractérisation microstructurale des faciès de rupture par microscope optique	89
II.7.	Caractérisation microstructurale des sections polies par le MEB	89
II.7.1.	Principe du microscope électronique à balayage (MEB)	90
II.7.2.	Le microscope électronique à balayage Quanta 200 Feg	91
II.7.3.	Préparation des sections polies.....	93
II.7.4.	Observation et analyse chimique des échantillons au MEB	96
II.7.5.	Technique d'analyse d'images.....	97
II.8.	Conclusion	105
CHAPITRE III. RESISTANCES MECANIQUES DE LA ZONE D'INTERPHASE		
« GRANULAT-PATE DE CIMENT »		
		107
III.1.	Introduction.....	108

III.2.	Résistance mécanique des mortiers.....	108
III.3.	Résistances mécaniques des liaisons « roche-pâte de ciment »	116
III.3.1.	Effet de l'état de surface des roches	117
III.3.2.	Effet de la teneur en eau des roches	129
III.4.	Relation entre la résistance en traction et la résistance au cisaillement des composites « roche-pâte de ciment »	133
III.5.	Relation entre les résistances mécaniques des mortiers et celles des composites	135
III.6.	Conclusion	137
CHAPITRE IV. ANALYSE MICROSCOPIQUE DE LA ZONE D'INTERPHASE « GRANULAT-PATE DE CIMENT »		139
IV.1.	Introduction.....	140
IV.2.	Relation entre la porosité de la zone d'interphase et les propriétés mécaniques des mortiers 140	
IV.2.1.	Porosité moyenne de la zone d'interphase	140
IV.2.2.	Relation entre la porosité de la zone d'interphase et les propriétés mécaniques des mortiers 146	
IV.3.	Gradients des propriétés de la zone d'interphase.....	150
IV.3.1.	Gradient de porosité.....	150
IV.3.2.	Calcul des gradients de rapport E/C initiaux et de degré d'hydratation	158
IV.3.3.	Gradient de degré d'hydratation.....	162
IV.3.4.	Gradient de rapport E/C initial	167
IV.4.	Conclusion	171
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES		175
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES		179
LISTE DES FIGURES		187

LISTE DES TABLEAUX.....	195
ANNEXES	199
ANNEXE 1. Protocole de mesure R_a.....	200
ANNEXE 2. Calcul de l'écart moyen de rugosité R_a	203
ANNEXE 3. Fiche produit du CEM I 52,5 N CE CP2-NF-Beaucaire	206
ANNEXE 4. Séparation de la zone d'interphase	207
ANNEXE 5. Segmentation des phases par seuillage (en fonction des niveaux de gris)	211
ANNEXE 6. Quantifications des phases dans la zone d'interphase	213
ANNEXE 7. Résistances en traction et au cisaillement des composites « roche-pâte de ciment » de rapport E/C=0,55	220
ANNEXE 8. Rapport E/C initial et degré d'hydratation calculés par le modèle de Powers	224

Introduction générale

❖ Contexte de l'étude et problématique

A l'heure actuelle, le béton est le matériau de construction le plus utilisé dans le monde. L'utilisation de granulats poreux et absorbants se généralise de plus en plus dans les bétons suite :

- A une réduction des ressources naturelles de meilleures qualités.

De nos jours, l'exploitation excessive des ressources primaires menace leur durabilité. Pour utiliser la ressource de façon optimale, il apparaît important de cibler les granulats les plus adaptés à un usage donné.

- A la volonté de fabriquer des bétons légers de structure plus isolants.

Les bétons légers sont de plus en plus utilisés grâce à leurs avantages par rapport aux bétons standards. Ils permettent de réaliser un gain de poids pour l'ouvrage auquel ils sont destinés. Par ailleurs, ces bétons sont également utilisés dans la confection de structures isolantes d'un point de vue thermique et acoustique. De plus, les granulats légers pouvant être issus de sous-produits industriels, permettent de préserver les ressources naturelles en granulats.

- Au recyclage de sous-produits minéraux dans le béton dont les granulats issus de la déconstruction des ouvrages.

Les professionnels de la construction sont de plus en plus sensibles aux questions liées à la préservation de l'environnement lors de la fin de vie du béton. Selon l'Institut pour la Recherche appliquée et l'Expérimentation en Génie Civil (IREX), sur un total d'environ 300 millions de tonnes de déchets de chantier par an en France, seule une petite partie du béton est recyclée, principalement pour des travaux routiers. Ce problème pose la nécessité de recyclage des déchets de construction et de démolition. Le béton de granulats recyclés répond parfaitement aux exigences actuelles de limitation des déchets. Toutefois, beaucoup de questions subsistent sur la qualité de ce type de béton. C'est pourquoi, la tendance de recyclage doit être mise en parallèle avec la tendance d'amélioration de la qualité du béton de granulats recyclés.

Les problèmes posés ci-dessus nous demandent une bonne maîtrise d'utilisation des granulats poreux et absorbants. Il apparaît donc nécessaire d'étudier l'influence des caractéristiques physico-mécaniques de granulats poreux et absorbants sur les propriétés mécaniques du béton. La compréhension du comportement d'absorption d'eau de ces granulats devient indispensable à une meilleure maîtrise de la qualité de la zone d'interphase « granulat-pâte de ciment » qui conditionne les propriétés mécaniques des bétons.

❖ Objectifs de la thèse

Ce travail vise à étudier l'influence des propriétés physico-mécaniques des granulats telles que leur porosité, leur absorption d'eau, leur rugosité et leur résistance mécanique sur les propriétés de la zone d'interphase « granulat-pâte de ciment » et par conséquent, sur les propriétés mécaniques du mortier.

Pour répondre à cet objectif, quatre matériaux ont été sélectionnés pour notre programme expérimental.

- Trois matériaux calcaires de différents niveaux de porosité ont été choisis. Ce sont des matériaux de compositions minéralogiques similaires mais de différents niveaux de porosité permettant d'étudier l'influence de la porosité et de l'absorption d'eau des granulats sur les propriétés mécaniques et microstructurales de la liaison « granulat-pâte de ciment ». Parmi ces trois matériaux, l'un de faible porosité est proche des granulats utilisés pour le béton standard, les deux autres sont plus poreux avec des porosités proches de celles des granulats poreux.
- Un autre matériau volcanique de faible porosité est utilisé comme matériau de référence.

Ce mémoire s'organise en quatre chapitres:

- Le chapitre I sera consacré à une synthèse bibliographique sur la zone d'interphase « granulat-pâte de ciment ». Il sera abordé successivement l'importance de la liaison « granulat-pâte de ciment » vis-à-vis du comportement mécanique du béton, la description minéralogique, le mécanisme de formation et les gradients des propriétés de la zone d'interphase. Ensuite, il sera présenté l'influence des propriétés physiques et minéralogiques des granulats sur la zone d'interphase.

- Le chapitre II présente tout d'abord la caractérisation des matériaux utilisés sous l'aspect minéralogique, physique et mécanique. La deuxième partie du chapitre est méthodologique et est consacrée à la description des protocoles expérimentaux pour fabriquer les matériaux et pour mesurer leurs résistances mécaniques. La dernière partie du chapitre présente la technique de caractérisation microstructurale de la zone d'interphase basée sur l'observation au microscope électronique à balayage couplée à l'analyse d'image.
- Le chapitre III est dédié à l'étude des résistances mécaniques de la zone d'interphase « granulats-pâte de ciment ». La première partie de ce chapitre consiste à étudier l'influence de la teneur en eau et de la résistance mécanique des granulats sur la résistance mécanique des mortiers. La deuxième partie du chapitre est consacrée à étudier l'adhésion de la liaison « roche-pâte de ciment » sur des composites roches-pâte en fonction des propriétés des roches telles que leur humidité et leur état de surface. La dernière partie du chapitre vise à relier les résistances mécaniques des composites à celles des mortiers.
- Le chapitre IV vise à étudier la microstructure de la zone d'interphase des mortiers par la méthode d'analyse d'images. La porosité moyenne de la zone d'interphase sera liée aux propriétés mécaniques des mortiers. Ensuite, le gradient de porosité de la zone d'interphase sera mis en relation avec d'autres gradients existant dans la zone d'interphase tels que le gradient de degré d'hydratation et celui de rapport E/C. Les influences de l'âge, de la nature et de l'humidité des matériaux sur ces gradients seront abordées.

CHAPITRE I. Étude bibliographique

I.1.	Importance de la liaison « granulat-matrice cimentaire » vis-à-vis du comportement mécanique du béton.....	10
I.2.	Description minéralogique classique de la zone d'interphase.....	12
I.3.	Mécanisme de formation de la zone d'interphase.....	15
I.3.1.	Effet de paroi.....	15
I.3.2.	Effet du micro-ressuage.....	17
I.3.3.	Croissance unilatérale.....	18
I.3.4.	Transport de portlandite.....	19
I.4.	Gradient des propriétés dans la zone d'interphase.....	21
I.4.1.	Gradient des anhydres dans la zone d'interphase.....	21
I.4.2.	Gradient de la portlandite dans la zone d'interphase.....	23
I.4.3.	Gradient du rapport CaO/SiO ₂ dans la zone d'interphase.....	25
I.4.4.	Gradient de la porosité dans la zone d'interphase.....	27
I.4.5.	Gradient du rapport E/C initial dans la zone d'interphase.....	28
I.5.	Influence des propriétés physiques des granulats sur la zone d'interphase.....	31
I.5.1.	Granulats naturels peu poreux.....	32
I.5.2.	Granulats artificiels poreux.....	34
I.6.	Effet de la minéralogie des granulats sur la zone d'interphase.....	40
I.7.	Conclusion.....	41

I.1. Importance de la liaison « granulat-matrice cimentaire » vis-à-vis du comportement mécanique du béton

La zone d'interphase entre les granulats et la matrice cimentaire est souvent appelée « zone d'interphase de transition », « zone d'interface », « auréole de transition » ou « Interfacial Transition Zone » en anglais. De nombreux auteurs ont caractérisé cette zone dans les composites « roche-pâte de ciment /mortier », dont certains d'entre eux ont essayé d'évaluer la contribution de cette liaison sur le comportement mécanique du béton. Ils ont cherché la relation qui pouvait exister entre la résistance de la liaison « roche-pâte de ciment /mortier » et les propriétés mécaniques des matériaux du béton. Certains ont trouvé que l'interphase « roche-pâte de ciment /mortier » peut impacter ou modifier fortement le comportement mécanique du béton (Alexander & Taplin 1964; Mindess 1996; Akcaoglu et al. 2004). En utilisant des méthodes et des matériaux différents, Oztekin (1987); Kawakami (1992) et Husem (2003) ont étudié des relations expérimentales existant entre la résistance en compression/flexion du béton et la résistance en traction/flexion des composites « roche-pâte de ciment /mortier ». Les principaux résultats sont les suivants :

Kawakami (1992) a mis en relation la résistance en flexion des composites « roche-mortier » avec la résistance en compression du béton contenant des granulats issus du concassage des roches utilisées. Cinq types de roches ont été utilisés: le granite, le porphyrite, la rhyolite, l'andésite et le grès. Il a trouvé que la résistance en compression des bétons contenant des granulats de grès, de granite et d'andésite est proportionnelle à la résistance en flexion du composite roche-mortier correspondant (Figure I.1). La résistance plus faible du béton contenant des granulats de rhyolite a été attribuée à la résistance faible de la rhyolite. Ces résultats indiquent que la résistance du béton dépend de celle de la liaison granulat-mortier qui, pour sa part, dépend des propriétés mécaniques de la roche.

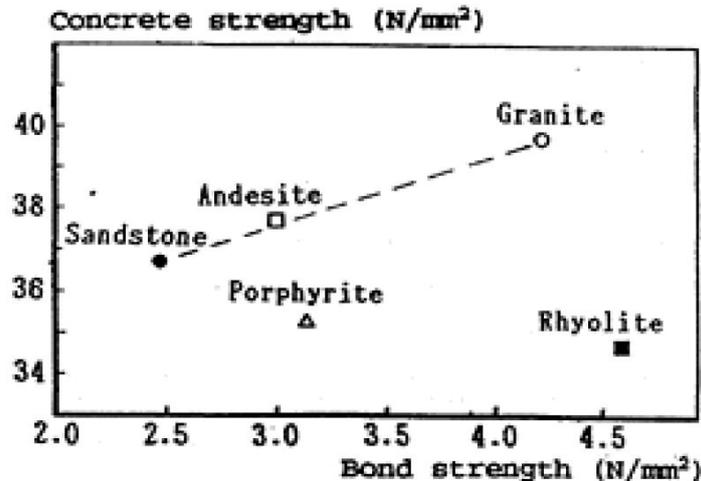


Figure I.1. Relation entre la résistance du composite « roche-mortier » avec celle du béton (Kawakami 1992)

En tenant compte de la résistance de la pâte de ciment/mortier composant le béton, certains auteurs ont proposé des relations linéaires permettant d'estimer la résistance du béton en fonction de la résistance de la liaison « roche-matrice cimentaire » et de celle de la matrice cimentaire.

Selon Oztekin (1987), la résistance en compression $R_{cbéton}$ ou en flexion $R_{fbéton}$ du béton est une fonction linéaire de la résistance du mortier composant le béton ($R_{cmortier}$ ou $R_{fmortier}$) et de la résistance en flexion de la liaison « granulats-mortier » A :

$$R_{cbéton} = 0,526 \times R_{cmortier} + 2,665 \times A + 3,3.$$

$$R_{fbéton} = 0,428 \times R_{fmortier} + 0,218 \times A + 0,08.$$

Il a été trouvé que la contribution de la résistance du composite « granulats-mortier » est de l'ordre de la moitié de celle du mortier.

Précédemment, Husem (2003) a relié la résistance du béton aux résistances de la liaison « roche-pâte de ciment », de la pâte de ciment et de la roche par une fonction linéaire. Pour des granulats ordinaires naturels, la résistance en compression du béton dépend pour 21% de celle de la pâte de ciment, pour 12% de celle de la roche et pour 67% de la liaison « granulats-pâte de ciment ».

L'exploitation des relations expérimentales présentées ci-dessus nous montre que la résistance de la zone d'interphase influence la résistance du béton. Cela nous permet de dire qu'il y a une contribution non négligeable de la zone d'interphase « granulat-pâte de ciment » sur le comportement mécanique des bétons. C'est donc un paramètre qu'il faut mieux caractériser et mieux comprendre pour améliorer la résistance du béton.

I.2. Description minéralogique classique de la zone d'interphase

Depuis les premiers travaux de Farran (Farran 1956) de nombreux chercheurs se sont intéressés à la formation de la zone d'interphase et à l'évolution de ses propriétés chimiques, mécaniques et de transfert. De nombreux auteurs ont montré que les propriétés de la zone d'interphase « granulats-matrice cimentaire » sont différentes de celles du cœur de la pâte. Certains ont proposé des modèles permettant de décrire la minéralogie de cette zone (par exemple, Barnes et al. 1978; Langton & Roy 1980; Zimbelman 1985; Monteiro et al. 1985; Monteiro & Mehta 1985a; Mehta 1986; Monteiro 1986).

Tous les auteurs sont d'accord sur le fait que la zone d'interphase n'est pas une zone homogène et qu'elle est constituée de plusieurs couches. La plupart d'entre eux a décomposé cette zone en deux couches.

❖ La première couche est en contact avec la surface des granulats.

Selon Barnes et al. (1978), cette couche est caractérisée par un film de cristaux orientés de portlandite d'environ $0,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur, au-delà duquel se trouve un film de C-S-H ayant à peu près la même épaisseur. L'ensemble de ces deux films est connu sous le nom de film duplex (Figure I.2).

Selon Zimbelman (1985), la première couche se compose essentiellement de portlandite et est recouverte par un réseau de cristaux d'ettringite. C'est une couche très dense dont l'épaisseur est d'environ $2 \text{ à } 3 \mu\text{m}$. Elle est appelée couche de contact (Figure I.3).

En accord avec Zimbelman, Monteiro (1986) et Bentur et al. (1989) ont trouvé que la portlandite et l'ettringite se forment directement sur la surface des granulats. D'après eux, les gros cristaux de portlandite se forment sans restriction et s'orientent préférentiellement dans la direction normale à la surface des granulats (Figure I.4-Figure I.5).

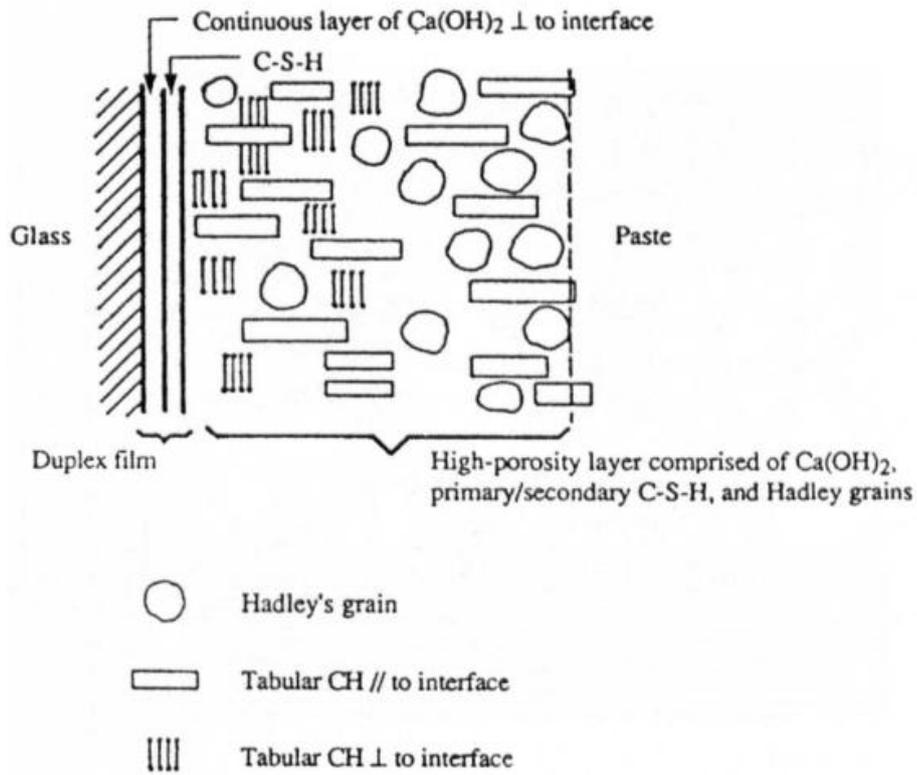


Figure I.2. Modèle de Barnes et al. (1978)

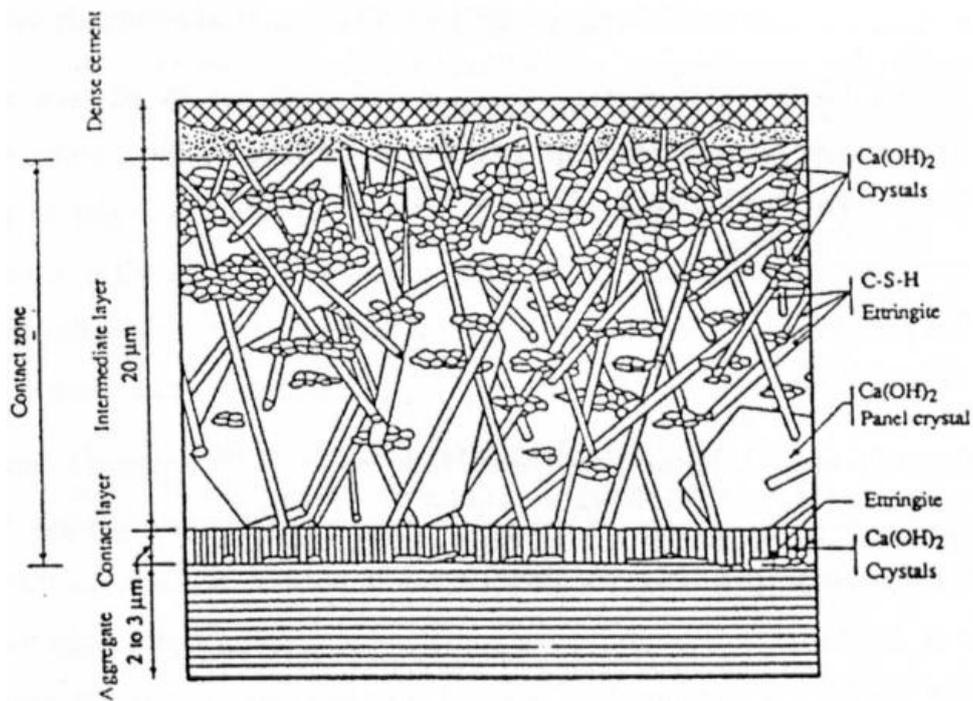


Figure I.3. Modèle de Zimbelmann (1985)

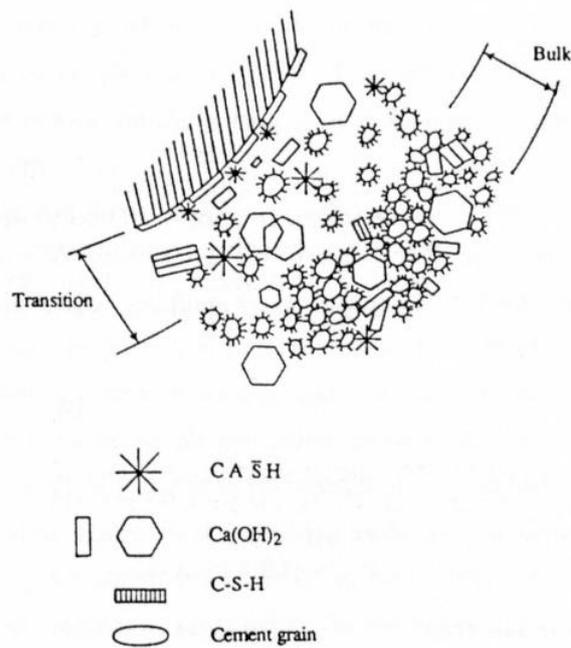


Figure I.4. Modèle de Monteiro (1986)

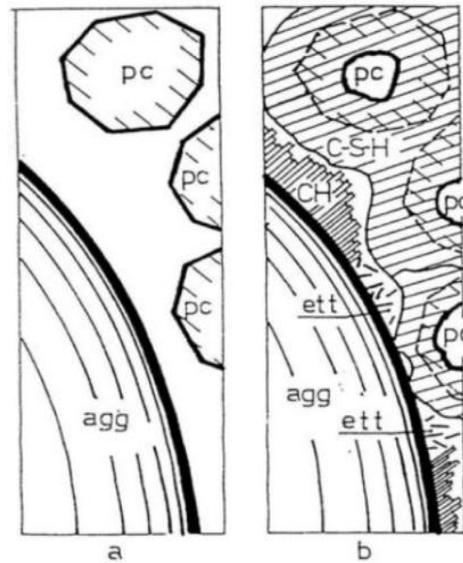


Figure I.5. Modèle de Bentur et al. (1989)

❖ La deuxième couche se forme directement sur la première couche.

Selon Barnes et al. (1978), cette couche est constituée de produits hydratés du ciment avec de gros cristaux de portlandite, une grande quantité de grains de Hadley et des C-S-H. L'épaisseur de la deuxième couche est d'environ 50 μm .

Zimbelman (1985) a trouvé que cette couche se compose de cristaux d'ettringite en forme d'aiguilles et de grandes plaquettes de cristaux hexagonaux de portlandite et de C-S-H. Son épaisseur est d'environ 20 μm .

En accord avec les modèles de Barnes et al. (1978) et de Zimbelman (1985), Monteiro (1986) a trouvé que la deuxième couche contient de gros cristaux de portlandite. Il a également trouvé des cristaux d'ettringite et des grains d'anhydres.

Malgré plusieurs études qui ont abordé la microstructure de la zone d'interphase, les auteurs ne sont pas tout à fait d'accord sur la composition minéralogique et sur l'épaisseur des couches constitutives de cette zone. Cela peut être expliqué par le fait que les auteurs ont utilisé des granulats, des pâtes de ciment et des méthodes d'analyses différentes.

I.3. Mécanisme de formation de la zone d'interphase

Dans la partie précédente, on a constaté que les propriétés de la zone d'interphase « granulat-matrice cimentaire » sont différentes de celles du cœur de la pâte de ciment. Cette partie expliquera le mécanisme de formation de cette zone. L'existence de la zone d'interphase est souvent attribuée à deux phénomènes principaux existant lors du contact granulat-pâte de ciment. D'une part, l'effet de paroi des granulats vis-à-vis des grains de ciment et, d'autre part, l'accumulation locale d'eau sous les granulats lors de la mise en place du béton (micro-ressuage). Ces phénomènes affectent l'arrangement initial des grains de ciment et le rapport E/C local au voisinage des granulats. A côté de ces phénomènes principaux, la formation de la zone d'interphase est également favorisée par l'effet de « croissance unilatérale » et par le transport de portlandite pendant le processus de l'hydratation.

I.3.1. Effet de paroi

La raison principale qui peut expliquer la présence de la zone d'interphase est que, lors du contact granulat-pâte de ciment, les espaces adjacents à la surface des granulats ne peuvent pas être remplis par les grains de ciment. Ce phénomène, à une échelle plus petite, est similaire à l'effet de paroi existant entre la surface du béton et la paroi des coffrages. L'arrangement spatial des grains de ciment anhydres est plus lâche à l'approche de la surface des granulats. Ceci conduit à un rapport E/C plus élevé par rapport au cœur de la pâte. Il en résulte que moins de grains de ciment peuvent s'hydrater et remplir les vides originaux (Neville, 2000).

Plusieurs auteurs ont étudié l'effet de paroi sur l'empilement des particules. Caquot (1937) a étudié l'effet de paroi du récipient dans le cas simple où les grains sont de même taille. La voie la plus simple pour calculer l'augmentation du volume des vides engendrée au contact de la surface plane du récipient, est d'admettre qu'elle est proportionnelle à la surface du plan et à la taille des grains. Cette approche ne tient cependant pas compte d'une éventuelle courbure de la surface.

Ben-Aim (1970) a amélioré cette approche en tenant compte de la courbure de la surface. Il utilise le volume perturbé V_p (dans l'unité de volume total du mélange) situé entre la paroi

et la distance $d/2$ (Figure I.6). Dans ce volume, la compacité moyenne est $k_w\alpha$, avec $k_w < 1$, alors que α reste inchangée au centre du récipient.

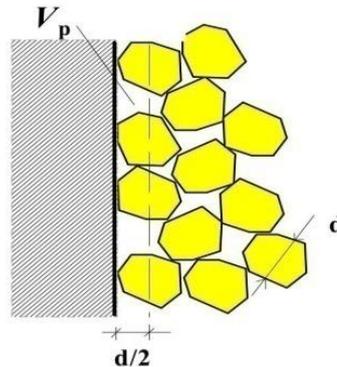


Figure I.6. Modèle de Ben-Aim (1970) sur l'effet de paroi

Plus récemment, Scrivener & Pratt (1996) ont étudié l'impact de l'effet de paroi grâce à une description à deux et trois dimensions. Dans le cas de deux dimensions avec des particules de ciment circulaires et de taille unique, même si les particules sont en contact, la fraction de l'espace vide approche 100% au voisinage de la paroi (Figure I.7).

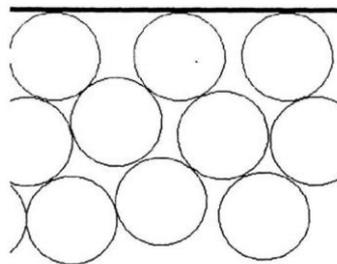


Figure I.7. Hypothèse de l'empilement des cercles de taille unique contre une paroi en deux dimensions (Scrivener & Pratt 1996)

Dans le cas de 3 dimensions avec des particules de ciment sphériques et de taille unique, les cercles en ligne continue représentent des profils dans le plan de section et les autres en lignes pointillées indiquent les sections maximales de croisement. La zone grise représente la zone à l'interface qui manque de particules. Il apparaît un «film» comme un espace vide à l'interface, même si les particules sont en contact (Figure I.8).

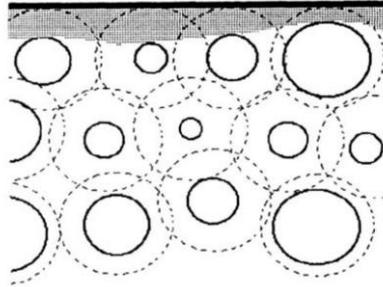


Figure I.8. Hypothèse de l'empilement des sphères de taille unique contre une paroi en trois dimensions (Scrivener & Pratt 1996)

Bien que plusieurs modèles concernant l'effet de paroi aient été proposés, modéliser l'influence de ce phénomène sur la répartition des particules dans le béton reste toujours compliquée en raison de la taille des grains de ciment qui varie de moins de 1 μm à 100 μm .

I.3.2. Effet du micro-ressuage

Le ressuage apparaît dans le béton frais à cause de la force de gravité. Les grains solides ont tendance à se déposer au fond, car ils ont une densité plus grande que la pâte fluide. L'eau de ressuage est piégée à la face inférieure des particules. Ces lentilles d'eau sont fréquentes, particulièrement dans la partie supérieure d'une masse de béton (Figure I.9).

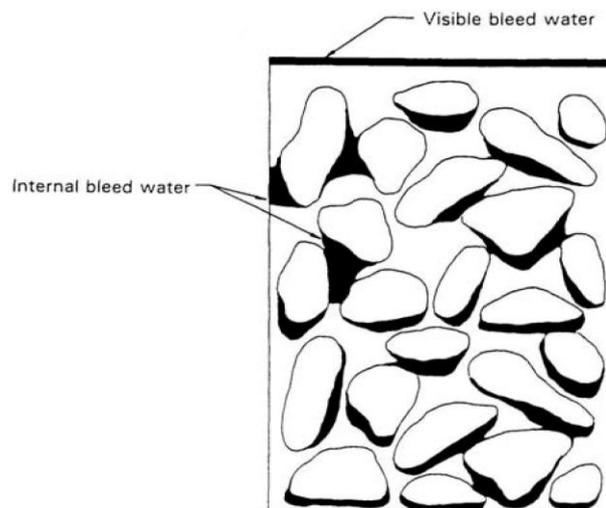


Figure I.9. Ressuage localisé dans le béton (Mehta 1986)

Comme on l'a présenté, l'effet de paroi crée un film d'eau autour des granulats dès le contact granulat-pâte de ciment. Ce film d'eau devient plus important à cause de l'effet de micro-ressuage. Cela conduit à une augmentation du rapport E/C dans la zone d'interphase et par conséquent, provoque une structure irrégulière autour des granulats dont la zone du dessous est plus poreuse que celle du dessus. Ce phénomène a été confirmé par Hoshino (1989) et Baroghel-Bouny (1994).

Typiquement le micro-ressuage est plus important dans le béton réel que dans les composites. Dans le cas des composites, la pierre n'a pas subi le processus de malaxage. Par contre, dans le béton réel, le mouvement relatif des granulats et des grains de ciment durant le malaxage peut conduire à former des zones à faible densité de pâte autour des granulats et à la saturation des vides sous les granulats. Il en résulte que le rapport E/C local est très important dans la zone d'interphase à la face inférieure des granulats. C'est pourquoi, l'effet du malaxage peut amener des écarts de la zone d'interphase entre les composites et le béton (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996; Neville 2000).

I.3.3. Croissance unilatérale

A côté de l'effet de paroi et de l'effet du micro-ressuage apparaissant dans le béton frais, l'existence de la zone d'interphase est également attribuée au phénomène de « croissance unilatérale » qui a lieu au cours de l'hydratation. Dans la matrice de ciment, l'espace des pores peut être rempli par les produits d'hydratation grâce à leur migration vers toutes les directions de l'espace libre. Par contre, auprès des granulats, les hydrates se développent dans une seule direction vers la matrice de ciment. Ce phénomène se traduit par une augmentation de la porosité dans la zone adjacente au granulat.

Toutefois, l'effet « croissance unilatérale » affecte la microstructure de la zone d'interphase sur une échelle plus petite que l'effet de paroi. Par la modélisation, Garboczi & Bentz (1991) ont séparé l'effet de paroi et l'effet de « croissance unilatérale » sur la porosité de la zone d'interphase. Les résultats obtenus montrent que l'effet « croissance unilatérale » a une influence significative sur l'augmentation de la porosité dans les 5 premiers μm adjacents aux granulats, tandis que l'effet de paroi affecte le dépôt initial de particules de ciment dans toute la zone d'interphase sur une distance de 5 à 50 μm (Figure I.10).

On trouve que l'effet « croissance unilatérale » est plus important dans un composite que dans le béton réel. Dans les composites, une seule pierre est en contact avec la pâte de ciment/mortier. La surface plane de la pierre est donc considérée comme une paroi de longueur infinie. Il en résulte que l'effet du blocage par la paroi vis-à-vis du développement des cristaux d'hydratation devient plus important. Ce phénomène peut conduire à une zone plus poreuse dans les premiers μm adjacents de l'interface.

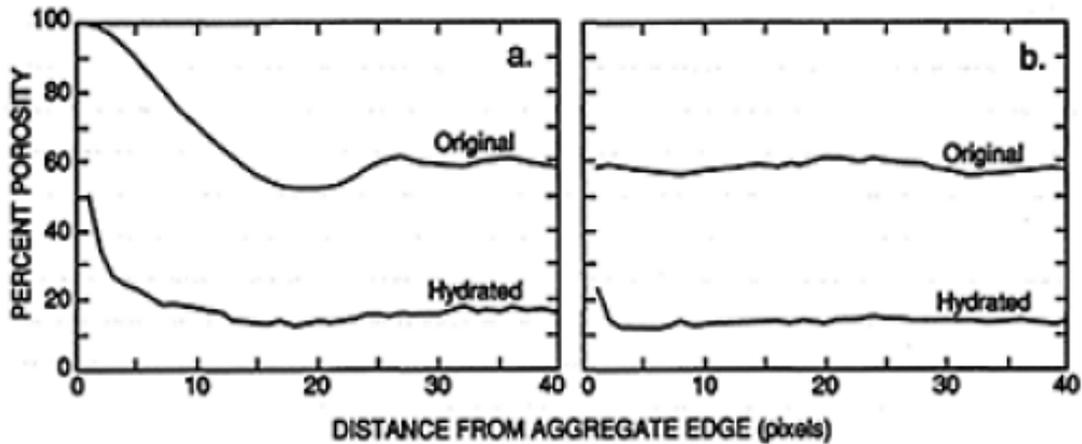


Figure I.10. Effet de « croissance unilatérale » sur la porosité de la zone d'interphase au départ et en cours de l'hydratation. A gauche : combinaison de l'effet de paroi et de la croissance unilatérale ; à droite : croissance unilatérale (Garboczi & Bentz 1991a)

I.3.4. Transport de portlandite

La croissance latérale des cristaux d'hydratation se fait aussi avec le transport d'hydrates vers la surface des granulats. Plusieurs auteurs ont montré qu'il y a un transport d'hydrates pendant le processus d'hydratation dont le transport majoritaire est celui de portlandite (J.A.Larbi 1991; J. Ollivier et al. 1995; Scrivener & Pratt 1996; Bonen 1996; S. Diamond & J. D. Huang 1998; Shi & Xie 1998; Shen et al. 1998; Y. Lo et al. 1999).

Scrivener & Pratt (1996), ont calculé la quantité de portlandite si tous les produits d'hydratation ont précipité à proximité du ciment anhydre à partir duquel ils sont formés (Figure I.11). Il apparaît qu'il y a une redistribution importante de portlandite. A l'approche de l'interface, les cristaux croissent sans restriction en raison de la disponibilité plus grande d'espace libre. Les ions calcium et hydroxyde diffusant plus loin du grain de ciment anhydre cela entraîne un excès relatif dans la zone de 10 μm adjacente à l'interface et un déficit relatif

au-delà de 40 μm à partir de l'interface. La redistribution est significative après un jour d'hydratation et devient plus importante à 28 jours. La redistribution de portlandite à 1 an est similaire à celle à 28 jours car la diffusion des ions est ralentie en traversant une structure plus compacte après 28 jours. L'auteur considère que la moitié de la portlandite dans une bande de 3 μm adjacente au granulat se forme par réaction de phases anhydres en dehors de cette zone (Figure I.11).

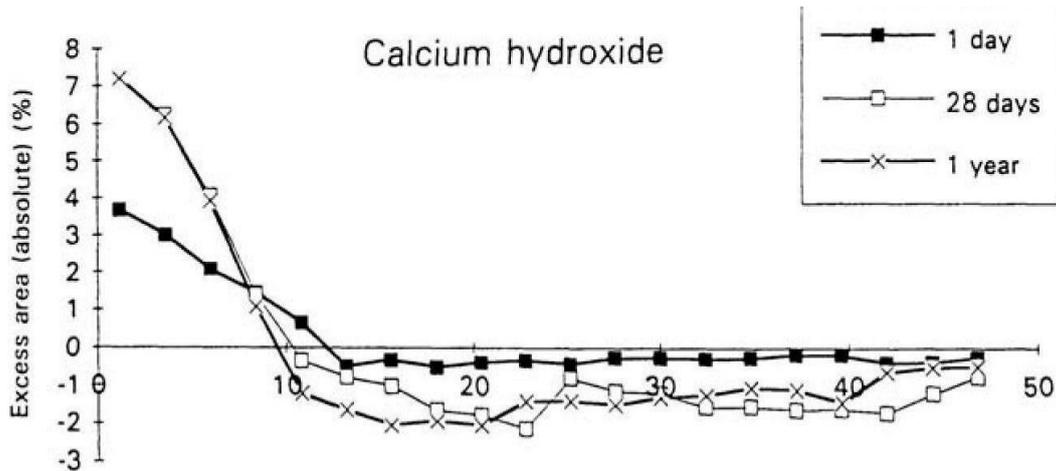


Figure I.11. Dépôt à l'excès de portlandite dans la zone d'interphase
(K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996)

La croissance préférentielle de portlandite dans la zone adjacente de l'interface peut être attribuée à plusieurs facteurs :

- La surface rugueuse du granulat peut fournir des sites de nucléation pour la portlandite.
- Un rapport E/C local élevé à cause de l'effet de paroi et de l'effet de micro-ressuage facilite le transport des ions Ca^{2+} vers les sites de nucléation à travers les espaces de pores, pour la précipitation des cristaux de portlandite (J.A.Larbi 1991). En fait, après 24 heures d'hydratation, les grains de ciment anhydre inférieurs à 5 μm et proche de la surface du granulat ont complètement réagi. Par contre, il y a une migration possible des ions Ca^{2+} et OH^- provenant de la dissolution des gros grains de ciment anhydre situés au-delà de cette zone de contact.

I.4. Gradient des propriétés dans la zone d'interphase

Comme on vient de le voir, la zone d'interphase « granulat -pâte de ciment » est compte tenu de ses mécanismes de formation une zone à gradients de caractéristiques microstructurales.

I.4.1. Gradient des anhydres dans la zone d'interphase

Comme l'effet de paroi empêche l'empilement de grains de ciment à proximité de la surface des granulats, il apparait un déficit croissant de la quantité de ciment et une répartition irrégulière de grains de ciment de différentes tailles lorsqu'on s'approche de la surface des granulats.

Selon Crumbie (1994), la répartition initiale des grains de ciment dans la zone d'interphase peut être divisée en quatre zones en fonction des tailles des grains de ciment (Figure I.12).

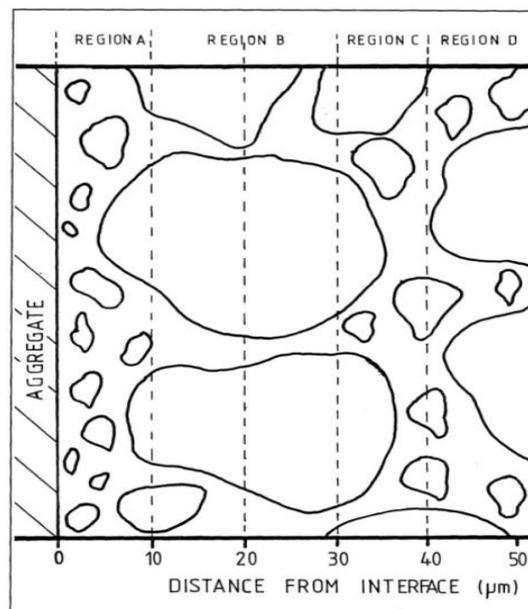


Figure I.12. Répartition initiale des grains de ciment au voisinage de l'interface du béton (Crumbie 1994)

Dans la première zone adjacente à l'interface (zone A de 10µm d'épaisseur), il y a seulement de très petites particules de ciment. Après cette zone, la deuxième zone (zone B à une distance de 10 à 30 µm au granulat) présente des grains de ciment anhydre de grande taille. Après la zone B, il existe une zone d'épaisseur de 10 µm (zone C) dont la quantité de grains de ciment de petite taille est plus élevée que celle de la zone B. Ceci induit que l'empilement des grains de ciment anhydre au-delà de 30 µm, est moins perturbé par

l'interface ou bien que l'effet de paroi est moins significatif et que la distribution des grains de ciment anhydre est similaire à celle de la matrice de ciment. Toutefois, au-delà de 40 μm à partir de l'interface, dans la zone (D), l'empilement des grains de ciment peut encore être légèrement perturbé par l'effet de paroi lorsque les interphases sont connectées.

Le gradient des anhydres dans la zone d'interphase diminue pendant le processus d'hydratation. Crumbie (1994) et Scrivener & Pratt (1996) ont montré un gradient très significatif au voisinage du granulat à 1 jour d'hydratation (Figure I.13). La quantité de ciment anhydre est très faible à proximité de l'interface et augmente presque linéairement jusqu'à une distance d'environ 30 μm à partir de la zone d'interphase. Le gradient des anhydres se réduit à 28 jours où la quantité d'anhydres est très faible dans les 10 premiers μm adjacents à l'interface. Ce résultat est expliqué par le fait que les petits grains de ciment se déposent préférentiellement à l'approche de la surface des granulats. Ils s'hydratent rapidement et presque complètement dans les premiers jours.

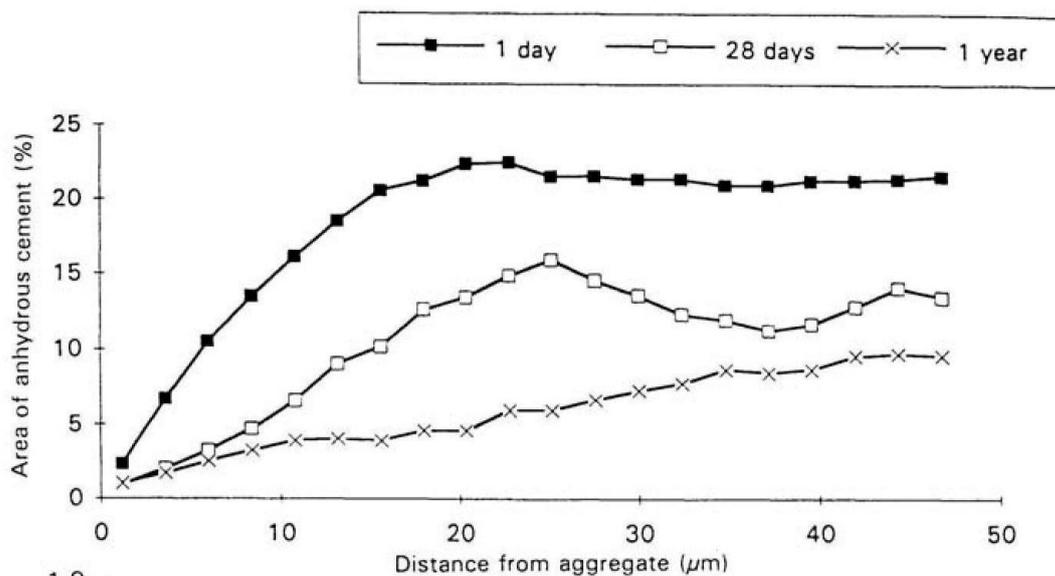


Figure I.13. Distribution du ciment anhydre et degré d'hydratation calculé du béton âgé de 1 jour, 28 jours et 1 an. (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996)

Ce gradient important de grains de ciment anhydre à partir du voisinage des granulats jusqu'à la matrice de ciment a été confirmé par d'autres auteurs (Pope & Jennings 1992; J. Ollivier et al. 1995; S. Diamond 2001; Nadeau 2002; A Elsharief et al. 2003; Amir Elsharief et al. 2005; Y. Gao et al. 2013). Ce gradient s'étend sur une certaine distance qui

dépend de plusieurs facteurs comme la composition du béton, l'échéance, la taille maximale des grains de ciment, la taille des granulats, etc.

Le gradient des anhydres est un paramètre permettant d'estimer l'épaisseur de la zone d'interphase. Cette dernière est généralement considérée comme la distance de la surface des granulats à un seuil où la répartition des anhydres est similaire à celle du cœur de la pâte de ciment. Ce gradient se réduit avec le processus d'hydratation. Par conséquent, l'épaisseur de la zone d'interphase diminue avec l'âge.

I.4.2. Gradient de la portlandite dans la zone d'interphase

Le gradient de la portlandite dans la zone d'interphase est une conséquence de l'effet du transport de portlandite. Cet effet conduit à une augmentation de portlandite à proximité de la surface des granulats. Crumbie (1994), Scrivener & Pratt (1996) ont montré que la quantité de portlandite dans la zone de 10 μm adjacente à l'interface est environ le double de celle de la pâte (Figure I.14). La quantité maximale de portlandite se trouve dans la première zone de 5 μm adjacente à l'interface. Au-delà de 12 μm à partir de l'interface, la quantité de portlandite reste stable et représente environ 5% du volume total de la pâte (Figure I.15).

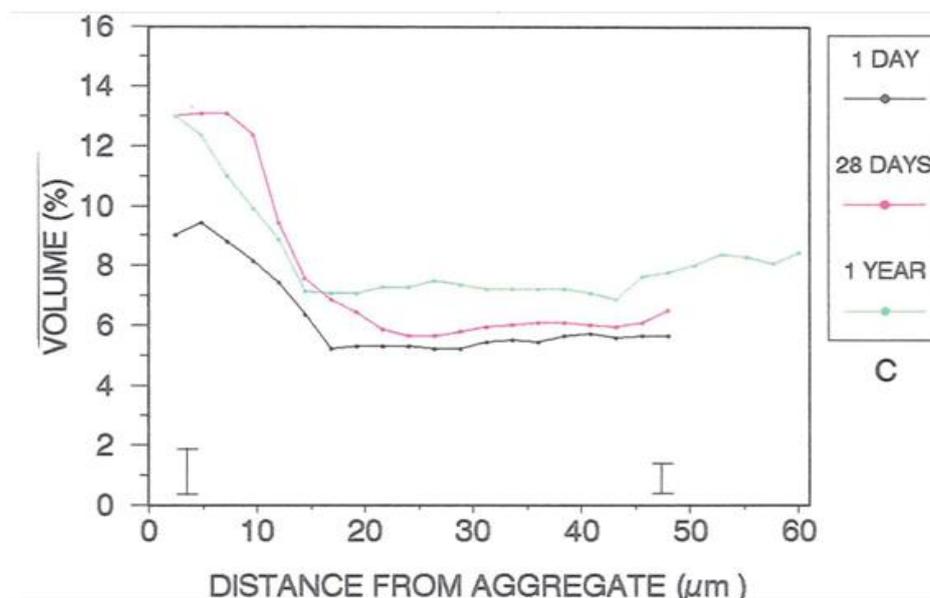


Figure I.14. Gradient de la portlandite dans la zone d'interphase pendant le processus de l'hydratation (Crumbie 1994)

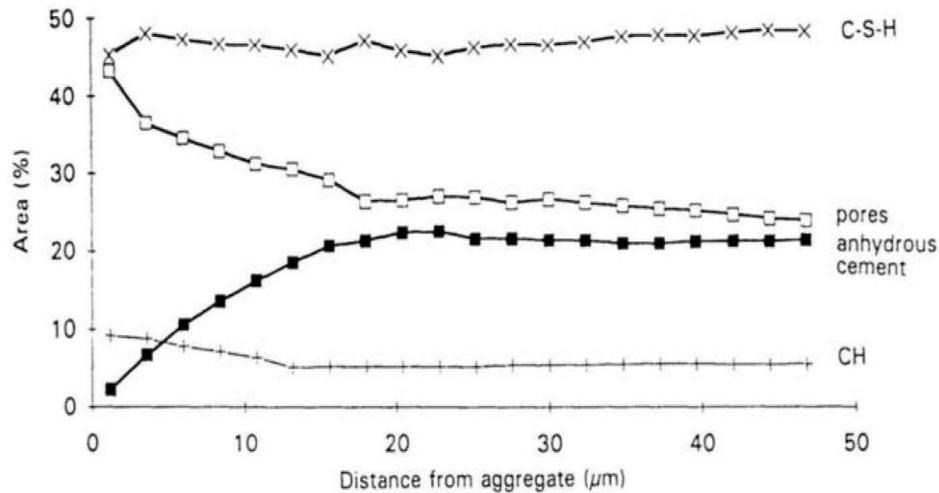


Figure I.15. Gradient de la portlandite et d'autres constituants dans la zone d'interphase du béton à 1 jour (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996)

Plusieurs auteurs ont trouvé que la portlandite ne se forme pas de manière uniforme au sein de la zone d'interphase surtout dans les premiers μm . Pope & Jennings (1992) et Mindess (1996) ont cité des sites de dépôt de portlandite autour des granulats dont l'épaisseur peut atteindre 10 μm . Néanmoins, ces couches ne sont pas uniformes et sont discontinues. Ces auteurs ont trouvé des interphases autour des granulats, où des couches de portlandite très denses et des zones très poreuses existent à la fois. En accord avec ces auteurs, Diamond & Huang (2001) ont montré que la portlandite se dépose irrégulièrement à proximité de l'interface. Ils ont considéré que près d'un tiers de la surface des granulats est recouverte par une couche d'épaisseur appréciable, de plus de 5 μm de large de portlandite. Certaines zones sont très peu poreuses et sont remplies par de la portlandite. La figure I.16 présente un dépôt de portlandite dans une bande d'environ 70 μm de longueur et de 10 μm d'épaisseur qui est directement en contact avec la surface d'un granulat. Cette bande est quasiment non poreuse.

Par l'analyse d'images prises au MEB, certains auteurs ont montré la variabilité de la quantité de portlandite au voisinage de la surface des granulats (Pope & Jennings 1992; S. Diamond & J. D. Huang 1998; S. Diamond & J. Huang 2001; S. Diamond 2004 et K. Scrivener 2004). Ils ont constaté une grande variation du volume de portlandite dans la première zone d'environ 10 μm d'épaisseur à proximité des granulats : le volume de

portlandite varie de 5 à 40% pour 8 mesures différentes. Néanmoins, la variation de la quantité de portlandite devient moins importante en s'éloignant de la surface des granulats. La deuxième bande de 10 μm présente une quantité de portlandite qui varie de 10 à 15%.

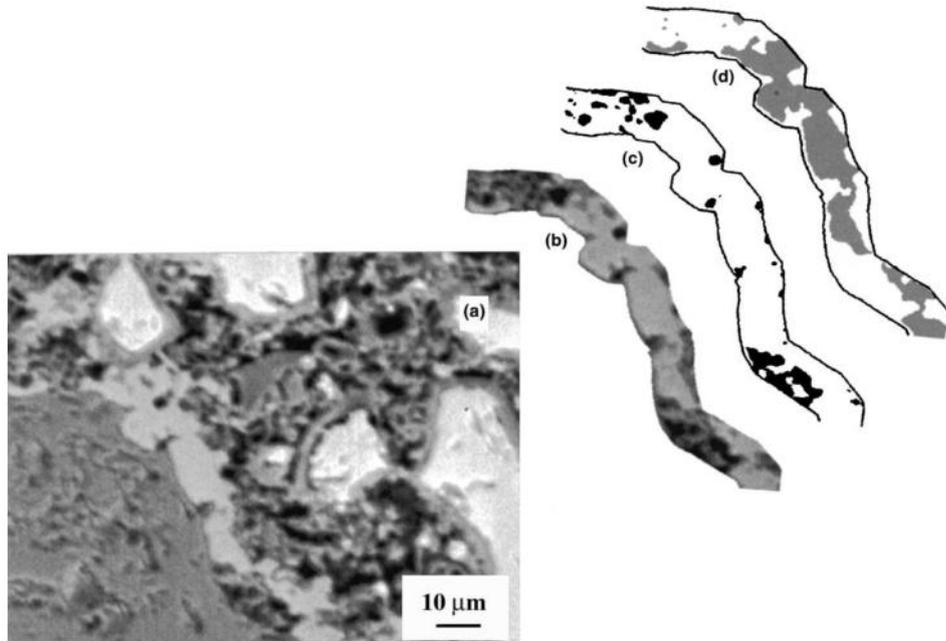


Figure I.16. a) Interphase « grain de sable de dolomite-pâte de ciment » à 3 jours ; b) première zone de 10 μm adjacente à l'interface ; c) pores ; d) portlandite (Diamond & Huang 2001)

I.4.3. Gradient du rapport CaO/SiO_2 dans la zone d'interphase

Le gradient du rapport CaO/SiO_2 est un paramètre du processus d'hydratation permettant d'évaluer le transfert des hydrates dans la zone d'interphase. Il est lié directement au transport et à la précipitation d'hydrates à proximité de l'interface dont surtout la portlandite (Ollivier et al. 1995; Yang et al. 1998; Y. Lo et al. 1999).

Yuan & Odler (1987) ont étudié le gradient du rapport CaO/SiO_2 dans la zone d'interphase d'un composite « roche-pâte de silicate tricalcique » (Figure I.17). Au voisinage du granulat, le rapport CaO/SiO_2 est supérieur à 6 et diminue progressivement en s'éloignant de l'interface. Il approche la valeur de 3 à une distance d'environ 120 μm à partir de l'interface. Cette valeur correspond au rapport CaO/SiO_2 du C_3S . La migration des hydrates dont la portlandite vers l'interface a été proposée pour expliquer ces résultats.

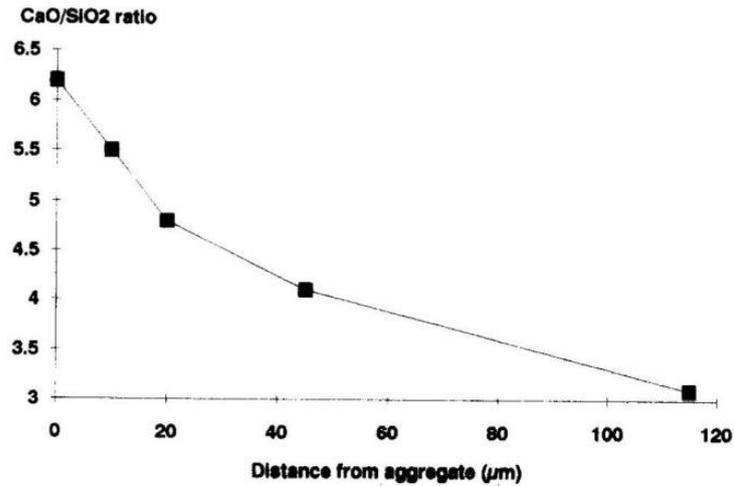


Figure I.17. Gradient du rapport $\text{CaO} / \text{SiO}_2$ en fonction de la distance de l'interface marbre-pâte de C_3S à 28 jours (Yuan & Odler 1987)

Une tendance similaire a été observée par J.A.Larbi (1991) pour un mortier à base de quartz (Figure I.18). Suite au transport des hydrates dont surtout la portlandite le gradient augmente entre 7 et 28 jours.

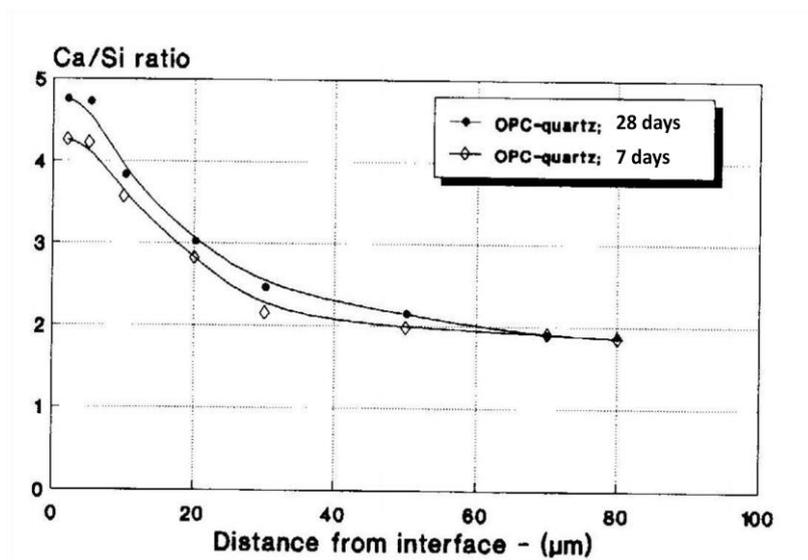


Figure I.18. Gradient du rapport Ca/Si dans la zone d'interphase à 7 et 28 jours ($E/C=0,4$) (J.A.Larbi 1991)

I.4.4. Gradient de la porosité dans la zone d'interphase

La porosité de la zone d'interphase est souvent mesurée par analyse d'images. C'est une technique très efficace permettant de quantifier la répartition des constituants dans la zone d'interphase. Cependant, à cause du seuil de détection, les pores détectés sont généralement supérieurs à 0,2-0,5 μm . Il s'agit plutôt d'une mésoporosité (K L Scrivener & Gartner E.L. 1988; K L Scrivener, Bentur, et al. 1988; Garboczi & D P Bentz 1991b; Brough & Atkinson 2000; S. Diamond & J. Huang 2001; K. Scrivener 2004; L. Basheer et al. 2005; Leemann et al. 2006; Hemavibool 2007; Head et al. 2008; San Nicolas & Provis 2012).

L'évolution du gradient de porosité dans la zone d'interface est la conséquence de la combinaison de plusieurs phénomènes et a été étudiée par de nombreux auteurs (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1987; K L Scrivener, Crumbie, et al. 1988; Pope & Jennings 1992; Crumbie 1994; S. Diamond & J. Huang 2001; A Elsharief et al. 2003; Cwirzen & Penttala 2005; Hu & Stroeve 2004; Hemavibool 2007).

- suite à l'effet de paroi et au micro-ressuage, les empilements au voisinage du granulat sont initialement plus poreux que ceux de la pâte et cela se traduit par un gradient de porosité initial croissant de la pâte vers le granulat,
- le processus d'hydratation accompagné du processus de transport vont contribuer à réduire ce gradient de porosité au cours du durcissement. Au départ, la porosité au voisinage de la surface des granulats est d'environ 40% supérieure à celle du cœur de la pâte de ciment. Après 1 jour, cet écart se réduit à 10-20% (Figure I.19).

Dans la littérature, le gradient de la porosité est souvent utilisé pour mesurer l'épaisseur de la zone d'interphase. Comme ce gradient diminue avec l'âge, l'épaisseur de la zone d'interphase évolue au cours du temps.

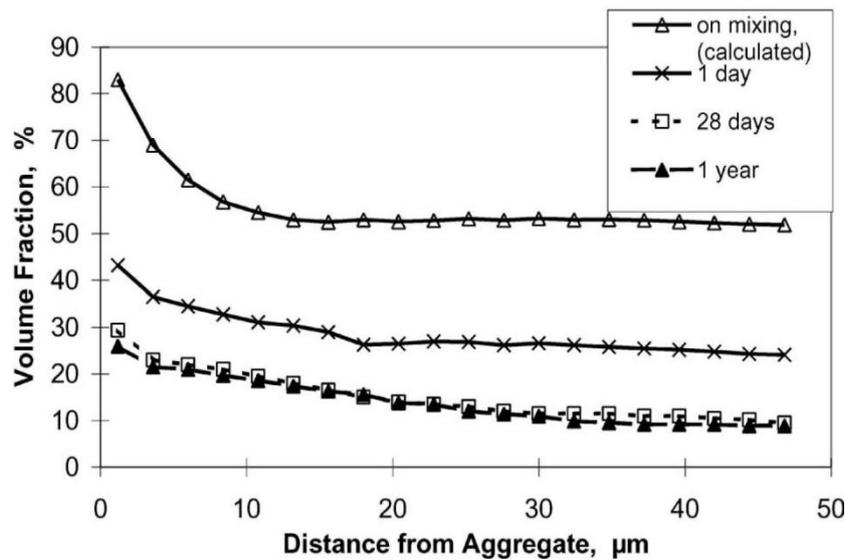


Figure I.19. Evolution du gradient de la porosité dans la zone d'interphase d'un béton du rapport E/C de 0,4 (K L Scrivener et al. 2004).

I.4.5. Gradient du rapport E/C initial dans la zone d'interphase

Dans les parties précédentes, on a montré que, dès le contact granulats-pâte de ciment, l'effet de paroi affecte l'empilement initial des grains de ciment tandis que l'effet de micro-ressuage entraîne une accumulation d'eau autour des granulats. Ces phénomènes conduisent à une réduction du volume de ciment anhydre initial par unité de volume d'interphase lors d'un déplacement du cœur de la pâte de ciment vers la surface des granulats. Crumbie (1994), K.L. Scrivener & P.L. Pratt (1996) ont proposé une méthode pour calculer ce pourcentage volumique d'anhydre dans chaque « tranche » d'interphase d'épaisseur donnée. Ils supposent que dans la « tranche » les produits d'hydratation, sauf la portlandite plus soluble donc plus mobile, précipitent près des grains de ciment où ils se forment. Le ratio « r » du volume de ciment ayant réagi au volume des hydrates formés autre que la portlandite est alors considéré comme constant pour toutes les « tranches ». Ce ratio est calculé loin de l'interface dans la pâte et après 1 jour d'hydratation en faisant l'hypothèse que le rapport E/C initial dans cette pâte correspond au rapport E_{eff}/C visé et sur la base de la mesure du pourcentage volumique d'anhydre et du pourcentage volumique des hydrates autre que la portlandite soit pour l'essentiel les C-S-H à 1 jour.

$$r = \frac{\% \text{Hydrates autre que la portlandite}_{1 \text{ jour}}^{\text{pâte}}}{\% \text{Anhydre}_{\text{initial}}^{\text{pâte}} - \% \text{Anhydre}_{1 \text{ jour}}^{\text{pâte}}}$$

Avec :

$$\% \text{Anhydre}_{\text{initial}}^{\text{pâte}} = \frac{1}{1 + \left(\frac{E}{C} \right)_{\text{efficace}} * \frac{\rho_c}{\rho_e}}$$

Avec : ρ_c masse volumique du ciment et ρ_e masse volumique de l'eau.

Connaissant « r » il est alors possible de calculer le pourcentage volumique d'anhydre initial dans la tranche :

$$\% \text{Anhydre}_{\text{initial}}^{\text{tranche}} = \frac{\% \text{Hydrates autre que la portlandite}_{1 \text{ jour}}^{\text{tranche}}}{r} + \% \text{Anhydre}_{1 \text{ jour}}^{\text{tranche}}$$

Les auteurs peuvent alors calculer le rapport E/C initial ainsi que le degré d'hydratation à un jour i donné « $\alpha(i)$ » par tranche.

$$\left(\frac{E}{C} \right)_{\text{initial}}^{\text{tranche}} = \frac{1 - \% \text{Anhydre}_{\text{initial}}^{\text{tranche}}}{\% \text{Anhydre}_{\text{initial}}^{\text{tranche}}} * \frac{\rho_e}{\rho_c}$$

$$(\alpha)_{i \text{ jours}}^{\text{tranche}} = \frac{\% \text{Anhydre}_{\text{initial}}^{\text{tranche}} - \% \text{Anhydre}_{i \text{ jours}}^{\text{tranche}}}{\% \text{Anhydre}_{\text{initial}}^{\text{tranche}}}$$

La figure I.20 reprend les évolutions du rapport E/C initial et du pourcentage volumique d'anhydre initial pour les tranches de l'interphase. Ses résultats indiquent que dans la zone près de la surface des granulats, la quantité volumique du ciment anhydre est d'environ 25% ce qui correspond à la moitié de celle dans la matrice cimentaire. Par conséquent, le rapport E/C local dans la zone adjacente à l'interface est le plus élevé. Ce rapport dans les trois premiers μm à partir de l'interface est plus du double du rapport E/C de 0,4 du béton. Une estimation similaire a été proposée par Garboczi & Bentz (1998). Toutefois les auteurs signalent que leur méthode de calcul est d'autant moins précise que l'on se rapproche de la surface du granulat notamment dans les 5 à 10 derniers μm ou compte tenu des grands rapports E/C présents le transport des C-S-H ne peut plus être négligé.

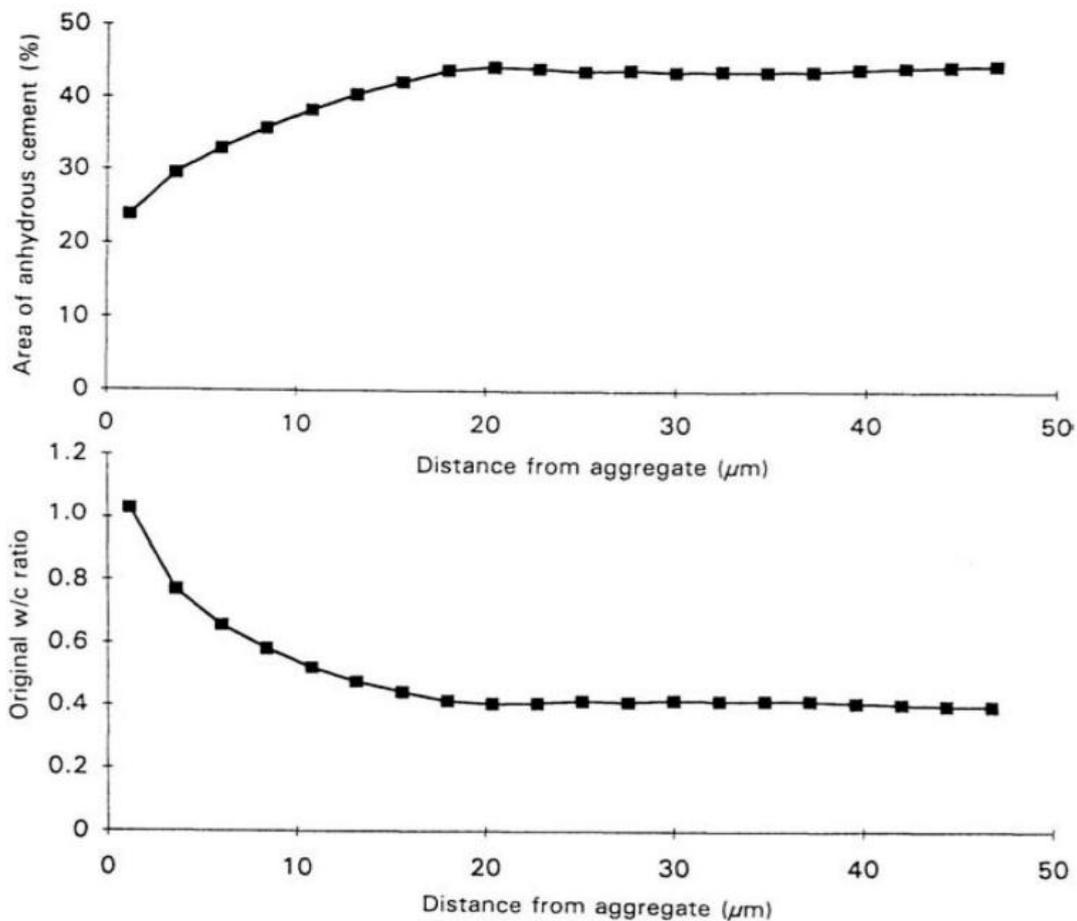


Figure I.20. Répartition initiale en volume (%) des grains de ciment anhydres et du rapport $E/C=0,4$ dans la zone d'interphase du béton (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996)

La figure I.21 reprend le degré d'hydratation par tranches à 1, 28 jours et un an. Si l'on observe un gradient d'hydratation prononcé à 1 jour avec plus de 90% d'hydratation au contact du granulat pour seulement 50% dans la pâte, ce gradient se réduit progressivement pour atteindre un degré d'hydratation compris entre 90 et 100% à un an. Le fort degré d'hydratation observé au contact du granulat à 1 jour est à mettre en relation avec un contenu initial en ciment plus faible ainsi qu'avec une granulométrie de grains de ciment en contact plus fine suite à l'effet de paroi.

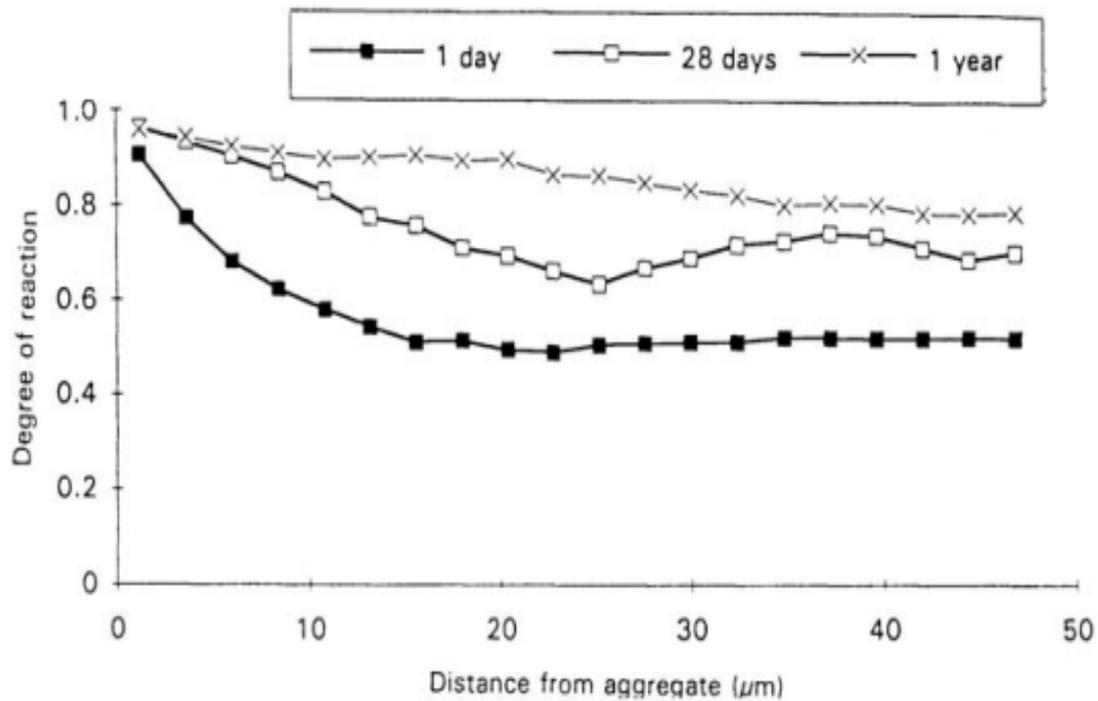


Figure I.21. Degré d'hydratation calculé du béton âgé de 1 jour, 28 jours et 1 an (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996).

I.5. Influence des propriétés physiques des granulats sur la zone d'interphase

Comme on l'a présenté dans la partie précédente, la formation de la zone d'interphase est contrôlée par l'effet de paroi et les échanges d'eau entre les granulats et la pâte de ciment. C'est pourquoi il est nécessaire d'étudier les influences des propriétés physiques des granulats comme leurs capacités d'absorption d'eau et leurs porosités en termes de volume poreux et distributions poreuses sur la formation de la zone d'interphase. Les matériaux utilisés et leurs états de saturation en eau sont très variables selon les auteurs. Certains utilisent des granulats naturels de faible porosité et de faible coefficient d'absorption d'eau. D'autres s'intéressent particulièrement aux granulats artificiels poreux qui possèdent des capacités d'absorption d'eau très importantes. Les granulats sont souvent utilisés à l'état humide (l'état humide-surface sèche, l'état humide-surface mouillée) et mis en comparaison avec le cas des granulats à l'état sec.

I.5.1. Granulats naturels peu poreux

Cortas et al. (2010) ont étudié l'effet de la teneur en eau des granulats naturels sur le comportement du béton. Le béton de rapport E_{eff}/C visé de 0,45 est formulé à partir de granulats silico-calcaires dont le coefficient d'absorption d'eau à 24 heures est de 2,4%. Leurs teneurs en eau par rapport à la masse à l'état saturé-surface sèche sont très élevées (de 1,61 à 9,42%). Leurs résultats montrent une diminution importante de la résistance en traction et en compression en remplaçant les granulats secs par les granulats humides-surfaces mouillées en raison d'une zone d'interphase plus poreuse (Figure I.22).

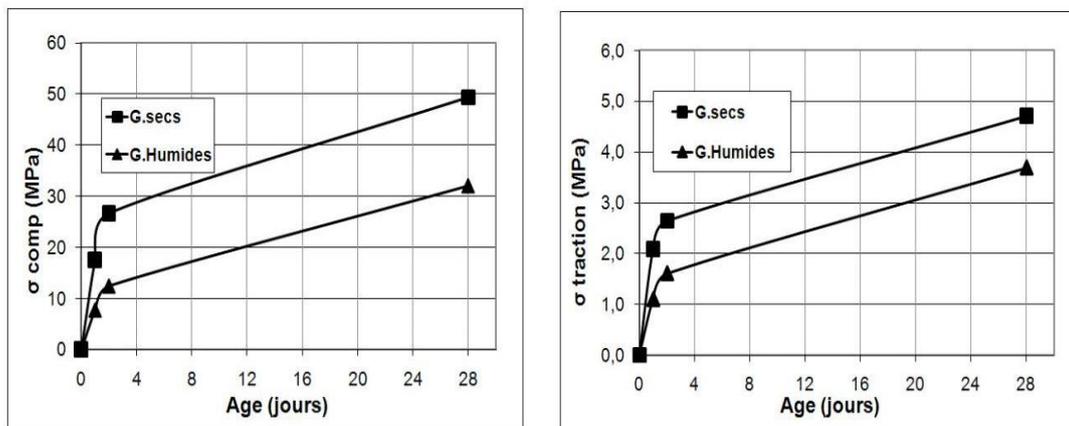


Figure I.22. Résistance en compression et en traction du béton de granulats à l'état sec et humide-surface mouillée (Cortas et al. 2010)

L'écart de la résistance en compression à 28 jours est de l'ordre de 20 MPa. Le comportement est similaire pour la résistance en traction avec un écart de 25% à 28 jours. L'auteur suppose que l'auréole de transition est moins développée dans le béton de granulats secs ce qui explique cet écart significatif et que la liaison pâte – granulats joue un rôle très important au niveau du comportement mécanique des deux bétons. Des observations au MEB ont été réalisées et montrent que la liaison pâte-granulats est différente dans les deux bétons. En effet, dans le cas des granulats humides-surfaces mouillées, le rapport E/C local à l'interphase est très élevé et il existe autour des granulats, une zone plus poreuse de couleur sombre sur les images au MEB (Figure I.23). La liaison pâte-granulats dans ce cas est donc plus faible, et le phénomène d'auréole de transition est assez marqué autour des granulats. L'auteur a montré aussi des zones denses qui sont remplies par des produits d'hydratation (couleur grise) au voisinage des granulats. Cependant, ces produits n'ont pas été identifiés.

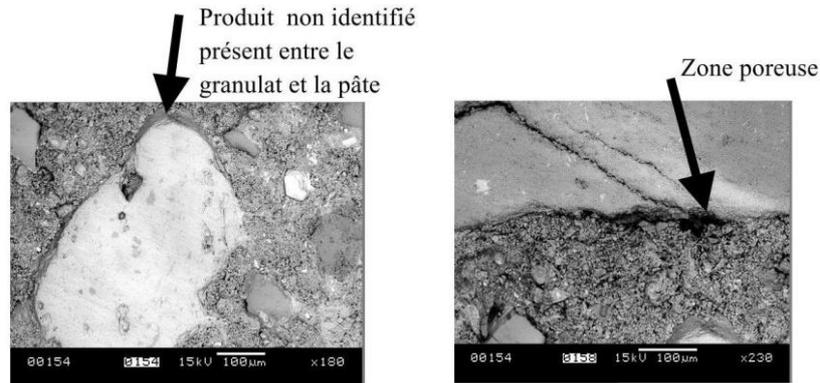


Figure I.23. Image au MEB du béton de granulats humides-surfaces mouillées
(Cortas et al. 2010)

Dans le béton avec granulats secs, la liaison pâte-granulats est de bonne qualité, avec moins de zones poreuses aux abords des granulats. Ces observations confirment les résultats de résistance en traction et en compression obtenus, et permettent d'interpréter l'écart de la résistance par la qualité de la liaison pâte-granulats. Il faut remarquer que dans cette étude la teneur en eau du sable à l'état humide est largement supérieure à son coefficient d'absorption d'eau ce qui peut créer des incertitudes sur les mélanges.

En accord avec Cortas et al. (2010), Hemavibool (2007) a trouvé une zone d'interphase très poreuse en utilisant des granulats naturels à l'état humide-surface mouillée. Ce sont des granulats de quartzite de très faible coefficient d'absorption d'eau ($WA_{24} = 0,8\%$). Ils sont immergés dans l'eau pendant 24 heures puis séchés avec une serviette jusqu'à ce qu'ils atteignent l'état saturé-surface sèche. Toutefois, le granulat de quartzite possède une forme angulaire, il est donc très difficile de contrôler l'état d'humidité de chaque particule. C'est pourquoi, un film d'eau accumulé autour des granulats de quartzite est inévitable. L'existence de ce film d'eau engendre une augmentation du rapport E/C au voisinage des granulats.

Le phénomène d'accumulation d'eau autour des granulats naturels de faible porosité a été également observé par Amir Elsharief et al. (2005). L'auteur a considéré que, lorsque les granulats sont mélangés avec du ciment et de l'eau, l'eau a tendance à s'accumuler autour des granulats. La quantité d'eau de ressuage est plus élevée sur la surface du granulat et diminue progressivement en s'éloignant de la surface du granulat. Dans le cas des granulats de faible capacité d'absorption d'eau, ce film d'eau ne peut pas être enlevé. Par conséquent,

le rapport E/C de la zone autour des granulats sera plus élevé que celui dans la pâte de ciment. Il en résulte que la porosité de cette zone est supérieure à celle de la pâte de ciment.

Les études d'Amir Elsharief et al. (2005), de Hemavibool (2007) et de Cortas et al. (2010) ont montré que l'existence d'une pellicule d'eau sur la surface des granulats humides-surfaces mouillées affecte forcément le rapport E/C local, et par conséquent, influence la qualité de la zone d'interphase : ce granulat à l'état humide-surface mouillée présente une zone d'interphase plus poreuse par rapport au granulat à l'état sec.

I.5.2. Granulats artificiels poreux

Dans l'étude de Amir Elsharief et al. (2005), un schiste expansé de 150 à 300 μm est utilisé comme un granulat léger poreux. Deux séries de mortier sont préparées avec le granulat léger, l'une à l'état sec, l'autre à l'état humide. Ce dernier est pré-mouillé avec de l'eau de gâchage pendant 24 heures avant le malaxage. Pour le mortier de granulat léger sec, la quantité d'eau absorbée par le granulat est calculée en se basant sur son coefficient d'absorption à 15 heures de 7% (Norme ASTM C 128). Cette quantité d'eau est ajoutée à l'eau du gâchage pour un rapport E_{eff}/C de 0,55. La microstructure de la zone d'interphase du mortier de ces granulats est comparée à celle des granulats naturels de base de granite et de quartzite. Les résultats de Amir Elsharief et al. (2005) indiquent que le mortier de granulats légers à l'état sec a une interphase moins poreuse que celle de granulats légers à l'état humide et que celle de granulats naturels secs bien que l'auteur est cherché à viser une même qualité de pâte à travers un rapport E_{eff}/C visé censé être équivalent (Figure I.24).

Ce phénomène est attribué selon l'auteur à la capacité d'absorption des granulats. Lors du malaxage, l'eau a tendance à s'accumuler autour des granulats et elle est absorbée par les granulats ainsi l'eau de ressuage autour des granulats poreux secs est moins importante. Le mouvement de l'eau à l'intérieur du granulat se poursuit jusqu'à ce que le granulat soit totalement saturé. Ce processus conduit à une réduction du rapport E/C local à proximité de l'interface. Le granulat léger à l'état sec possède une capacité d'absorption plus élevée que celui à l'état humide et que le granulat normal. Tout se passe comme si les granulats légers secs et partiellement saturés absorbaient plus d'eau que l'eau absorbée prise en compte pour le calcul de l'eau efficace.

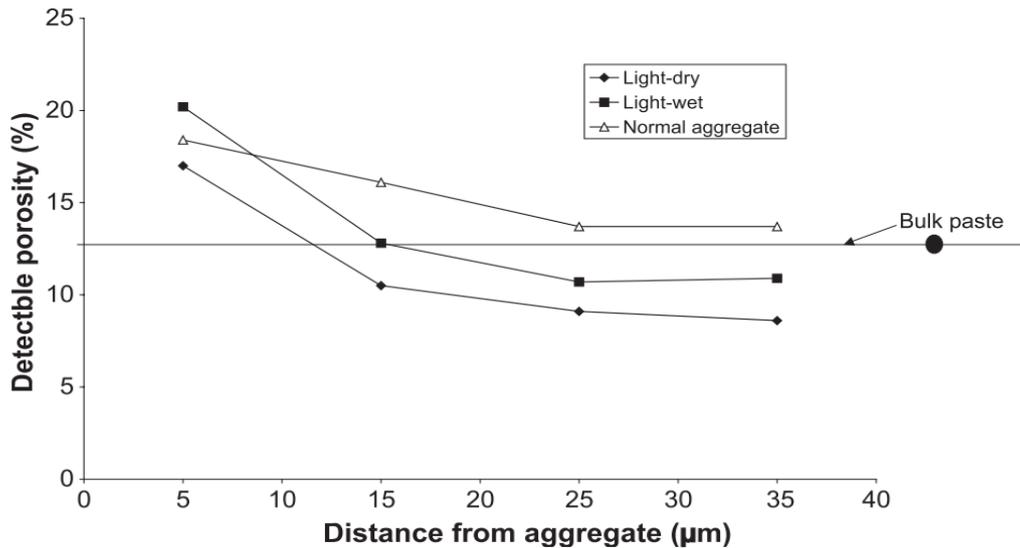


Figure I.24. Porosité dans la zone d'interphase des mortiers avec $E_{eff}/C=0,55$ à 7 jours
(Amir Elsharief et al. 2005)

Cependant, malgré l'absorption d'eau des granulats à proximité de l'interface, la porosité de ces trois mortiers est plus élevée que celle de la pâte de ciment dans la première zone de 10 μm traduisant ainsi l'effet de paroi. À une distance comprise entre 10 et 40 μm de la surface des granulats, le mortier de granulats légers secs est plus dense que le mortier de granulats normaux. Sa porosité est même plus faible que celle de la pâte de ciment pure.

Une autre étude d'Hemavibool (2007) a montré qu'un granulat poreux à l'état sec présente une meilleure liaison avec la pâte par rapport au granulat à l'état humide. L'auteur a utilisé des granulats artificiels à phases silico-alumineuses dont le coefficient d'absorption d'eau à 24 heures est de 5,74%. Une série de béton est préparée avec des granulats secs. La quantité d'eau ajoutée pour le granulat sec correspond à son absorption d'eau pendant une demi-heure. L'auteur a trouvé que plus de 70% de l'absorption d'eau à 24 heures est absorbée pendant les 30 premières minutes. La deuxième série est préparée avec des granulats à l'état humide – surface sèche. Ces granulats sont immergés dans l'eau pendant 24 heures avant le malaxage.

Les résultats d'Hemavibool (2007) montrent clairement que, quelle que soit l'échéance, le béton de granulats secs présente une zone d'interphase plus compacte par rapport à celui à l'état humide – surface sèche. L'auteur a constaté que l'absorption d'eau par des granulats légers poreux peut conduire à une réduction de la porosité de la zone d'interphase.

Afin de limiter les variations du rapport E/C lors de la fabrication du béton dues à l'absorption des granulats, certains d'auteurs ont uniquement utilisé des granulats poreux à l'état humide-surface mouillée. Les influences de la porosité et de la capacité d'absorption d'eau des granulats sur les propriétés mécaniques et microstructurales du béton ont été étudiées en utilisant des granulats ayant différentes porosités (Wasserman & Bentur 1996; Ke 2008; T Y Lo et al. 2008).

Ke (2008) montre qu'il peut exister une zone de transition de largeur non négligeable entre la pâte et un granulat léger. Dans ces travaux, les granulats légers de 4/10 mm en argile et en schiste expansé ont été testés. Ces granulats légers ont une porosité accessible à l'eau comprise entre 13,5% et 41,7%. Les granulats sont immergés dans l'eau pendant 48 heures puis sont égouttés sur un tamis pendant 20 minutes afin d'obtenir une teneur en eau de surface constante. La teneur en eau de surface des granulats comprise entre 1,7% et 4% est calculée en se basant sur la différence entre la masse des granulats égouttés pendant 20 minutes et celle des granulats saturés-surface sèche. L'observation au MEB montre que plus la capacité d'absorption des granulats est importante, plus la porosité et l'épaisseur de la zone d'interphase diminuent. L'auteur a trouvé des interphases plus poreuses que le reste de la pâte de ciment pour des bétons de granulats de faible capacité d'absorption d'eau. Les épaisseurs d'interphase des bétons de granulats 4/8 750 S ($WA_{48h}=6,87\%$), de granulats 4/10 520 S ($WA_{48h}=9,2\%$) et de granulats 4/10 430 A ($WA_{48h}=15,8\%$) sont respectivement de 100, 40 et 20 μm . En revanche, l'auteur n'a pas trouvé une zone d'interphase plus poreuse que la pâte pour le béton de granulats 0/4 650 A ($WA_{48h}=26,5\%$) (Figure I.25). Ces différences dans la zone d'interphase ont été attribuées aux différences de capacité d'absorption des granulats.

En effet, après 48 heures, ces granulats continuent à absorber de l'eau. Ce phénomène est plus important pour les granulats possédant une grande capacité d'absorption d'eau. Le granulat 0/4 650 A a un coefficient d'absorption de 2 à 4 fois plus élevé que celui d'autres granulats. Dans ce cas, l'absorption d'eau par des granulats est suffisante pour éviter la présence d'une zone de transition plus poreuse que le reste de la pâte de ciment.

Les études de Lo et al. (2008) ont également montré l'influence de l'absorption d'eau des granulats sur la porosité de la zone d'interphase. Les granulats sont pré-mouillés pendant une heure avant le malaxage. Leurs coefficients d'absorption d'eau après une heure d'immersion sont de 8,9%; 9,6% et 11%. Ces auteurs ont visé un rapport E_{eff}/C de 0,48 en

se basant sur le coefficient d'absorption d'eau des granulats à une heure. Leurs résultats montrent que plus le coefficient d'absorption d'eau des granulats à une heure augmente, plus la porosité de la zone d'interphase diminue. Un remplacement des granulats moins absorbants (8,9%) par des granulats plus absorbants (11%) conduit à une chute de la porosité moyenne de la zone d'interphase à 28 jours de 22% à 18%. Il est possible qu'après une heure de pré-mouillage, les granulats continuent à absorber de l'eau de gâchage. Ce phénomène affecte le rapport E_{eff}/C et par conséquent, affecte la porosité de la zone d'interphase.

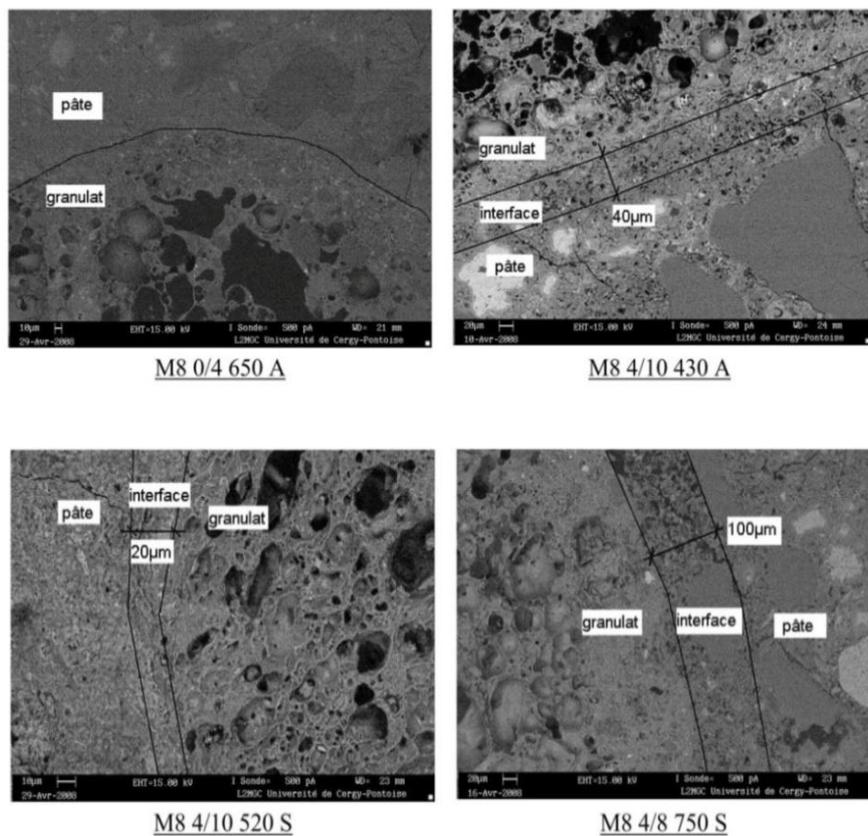


Figure I.25. Observation au MEB des interphases pâte de ciment-granulats légers (Ke 2008)

En accord avec Lo et al. (2008), Ke (2008), Wasserman & Bentur (1996) ont également montré que la capacité d'absorption d'eau des granulats influence l'épaisseur de la zone d'interphase. L'épaisseur de la zone d'interphase, caractérisant une zone riche en portlandite, est estimée comme une zone dans laquelle le rapport CaO/SiO_2 est élevé. Les résultats montrent que la largeur de la zone d'interphase diminue lorsque l'absorption d'eau

des granulats augmente. Une relation entre la largeur de la zone d'interphase et l'absorption d'eau à 6 heures a montré que la largeur de la zone d'interphase diminue lorsque l'absorption augmente.

❖ Pénétration de la pâte de ciment

Parallèlement au processus d'absorption d'eau des granulats, le processus de pénétration de la pâte de ciment dans les pores des granulats poreux et absorbants a été également observé par certains auteurs (Wasserman & Bentur 1996; T.Y. Lo & H.Z. Cui 2004; Ke 2008). Dans le cas des granulats à coque poreuse, la cinétique d'absorption d'eau des granulats peut conduire à un mouvement des grains de ciment et de la solution de la pâte de ciment vers les pores à la surface des granulats.

Par observation au MEB, Ke (2008) a montré qu'il existe évidemment une imprégnation de la pâte de ciment à l'intérieur des pores à la surface des granulats à l'état humide-surface mouillée (Figure I.26). Ce sont des granulats très poreux (porosité totale de 64,4%) avec un coefficient d'absorption très important (26,5%).

T.Y. Lo & H.Z. Cui (2004) ont également montré que la pâte de ciment est piégée dans les pores à la surface des granulats d'argile expansée dont le coefficient d'absorption d'eau à 30 minutes est de 7,6%. La présence des pores à la surface fournit à la pâte de ciment un site d'ancrage pour former une meilleure liaison mécanique entre la pâte et les granulats (Figure I.27).

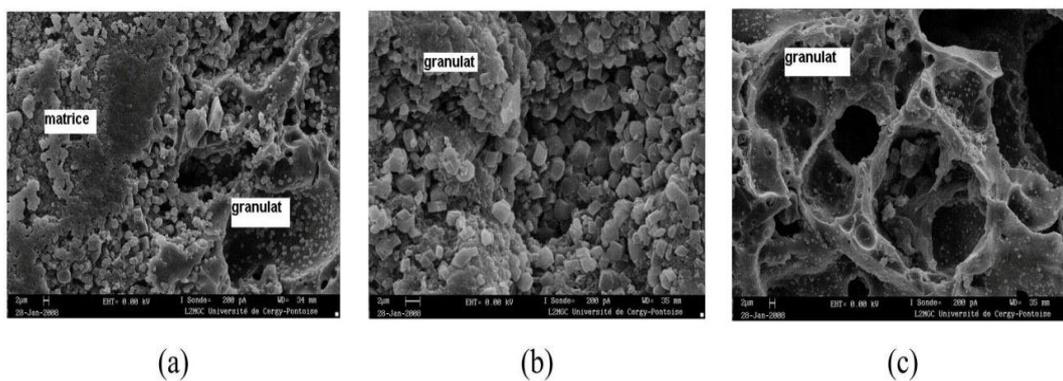


Figure I.26. Imprégnation de la pâte dans le granulat de surface poreuse : a. interphase matrice /granulat ; b. périphérie du grain ; c. milieu du grain (Ke, 2008)

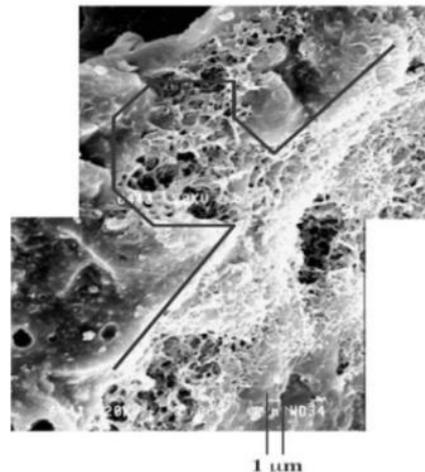


Figure I.27. Verrouillage mécanique entre le granulat et la pâte/infiltration de la pâte dans les pores à la surface (T.Y. Lo & H.Z. Cui 2004)

En outre, T.Y. Lo & H.Z. Cui (2004) ont constaté qu'une surface poreuse peut réduire l'effet de paroi qui influence l'empilement des grains de ciment à proximité de l'interphase. Il en résulte que la zone d'interphase devient plus dense et présente une bonne liaison avec les granulats au niveau mécanique. Ces auteurs ont trouvé une zone d'interphase très fine, de 5 à 10 μm d'épaisseur, caractérisée par un réseau plus poreux composé d'aiguilles d'ettringite, suivi par une couche de C-S-H dense avec moins d'ettringite (Figure I.28).

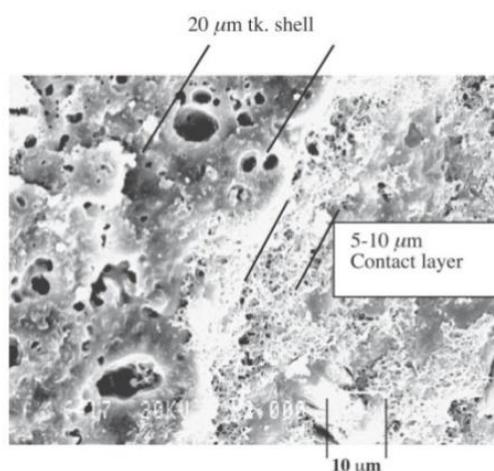


Figure I.28. Zone d'interphase entre un granulat d'argile expansée et la pâte de ciment dans un béton léger (T.Y. Lo & H.Z. Cui 2004)

I.6. Effet de la minéralogie des granulats sur la zone d'interphase

Concernant l'influence de la minéralogie des granulats sur la zone d'interphase, il est habituel de distinguer deux familles de roches :

- les roches basiques à phase carbonatées (calcite – dolomite),
- les roches acides volcaniques ou sédimentaires à phases siliceuses ou silico-alumineuses.

Comme on l'a présenté dans le paragraphe I.2, certains auteurs ont proposé des modèles sur la minéralogie de la zone d'interphase (par exemple, Barnes et al. 1978; Zimbelman 1985 ; Monteiro 1986; Bentur et al. 1989). Ils ont utilisé des granulats différents : Barnes et al. (1978) et Zimbelman (1985) ont utilisé des granulats à base siliceuse (verre et quartz) alors que Monteiro (1986) et Bentur et al. (1989) ont utilisé des granulats à base de calcite. Leurs observations montrent que, quel que soit le type de granulat, la composition minéralogique de la première couche de contact de la zone d'interphase est caractérisée par la concentration de cristaux de portlandite. De plus elle est recouverte par un réseau de cristaux d'ettringite et de C-S-H. En accord avec ces auteurs, Conjeaud et al. (1980) et Langton & Roy (1980) n'ont pas trouvé de différences fondamentales en termes de minéralogie de la couche de contact entre des granulats à base siliceuse et à base de carbonate.

Toutefois certains auteurs mettent en avant que des minéraux résultats de la réaction chimique de surface entre des minéraux des granulats et des minéraux de la pâte peuvent se former.

Concernant les granulats issus des roches carbonatées, le processus chimique de surface entre la pâte et le granulat consiste à carbonater partiellement les phases Afm de la pâte de ciment pour former le monocarbolaluminate par réaction avec la calcite densifiant ainsi l'interphase. Cependant, cette réaction est limitée à la surface des granulats en raison de la faible mobilité des ions carbonates (J. P. Ollivier et al. 1984; Monteiro & Mehta 1985b ; J.A.Larbi 1991; J. Ollivier et al. 1995). La dédolomitisation est une forme extrême d'altération de certaines forme de dolomite par les alcalins de la pâte de ciment qui ne devrait pas apparaître si l'on sélectionne correctement le granulat calcaire (Swenson & Gilot 1964; M.S. Tang & Deng 2004).

Concernant les roches siliceuses, l'attaque alcaline de certains minéraux pouvant se traduire par la libération de silice et d'alumine en solution qui en présence de portlandite et de sulfates de la pâte pourraient former des produits de type pouzzolanique comme des C-S-H voire des sulfoaluminates de calcium (W. S. Tasong et al. 1998; W. A. Tasong et al. 1999). J.A.Larbi (1991) conteste l'impact de tels processus réactionnels aux températures ordinaires compte tenu de leurs faibles vitesses à ces températures arguant du fait que la plupart des travaux les mettant en avant ont été réalisés dans des conditions accélérées (température supérieures à 70°C).

I.7. Conclusion

Dans la première partie du chapitre, les études sur la liaison « roche-pâte de ciment /mortier » ont démontré que cette liaison peut impacter ou modifier fortement le comportement mécanique du béton. La zone d'interphase est donc un paramètre qu'il faut mieux caractériser et mieux comprendre pour améliorer la résistance du béton.

Dans la deuxième partie du chapitre, on a trouvé que, les mécanismes de formation de la zone d'interphase ont été bien étudiés dans la littérature. Ils combinent des mécanismes physiques (l'effet de paroi, l'effet du micro-ressuage, la croissance unilatérale) et chimiques (le transport d'hydrates).

Parmi les quatre mécanismes de formation, le phénomène de transport d'hydrates conduit à la formation du film duplex (premier sous-domaine de l'interphase). En général, ce film est très hétérogène. Il est caractérisé par des zones riches en portlandite. Par ailleurs, ce film est très peu influencé par la minéralogie des granulats sauf peut-être pour des granulats issus des roches carbonatées. Dans ce cas, le processus chimique de surface entre la pâte et le granulat peut former le monocarbolaluminate densifiant l'interphase. Cependant, cette réaction est limitée à la surface des granulats en raison de la faible mobilité des ions carbonates. D'autre part, des réactions de type pouzzolanique pourraient se produire entre des matériaux siliceux et la pâte malgré qu'elles n'aient été jamais réellement mises en évidence.

Concernant l'influence des propriétés physiques des granulats, de nombreux auteurs ont montré que l'absorption d'eau des granulats, surtout pour des matériaux poreux et absorbants, joue un rôle fondamental dans les mécanismes de formation de la zone d'interphase. Ce phénomène d'absorption conduit le plus souvent à une interphase de plus

faible porosité et avec des gradients moins marqués : l'effet de paroi suite à l'absorption est moins important. A l'inverse, la présence de film d'eau pour les granulats sursaturés favoriseraient la formation d'un film duplex voire d'une interphase plus poreuse (Cortas et al. 2010). De plus, peu de travaux tentent de faire un calcul du rapport E_{eff}/C dans la pâte afin de s'assurer que malgré ces phénomènes d'absorption d'eau des granulats (matériaux poreux secs) ou de relargage d'eau dans la pâte (matériaux poreux sursaturés) les pâtes ont bien des rapports E_{eff}/C moyen qui sont équivalents. Une non maîtrise du rapport E_{eff}/C peut aussi bien expliquer une baisse des résistances dans le cas où le rapport E_{eff}/C obtenu est supérieur à celui visé (pâte globalement plus poreuse) qu'une mauvaise qualité d'interphase. Il n'est pas alors facile de savoir si la baisse des résistances est due à un film duplex plus poreux ou à une pâte de porosité moyenne plus faible ou les deux. C'est pour cela que dans ce travail on s'efforcera d'estimer ce rapport E_{eff}/C de la pâte en même temps que l'on qualifiera la qualité de l'interphase à travers son film duplex et les propriétés mécaniques et ceci aussi bien pour des calcaires poreux et non-poreux à l'état initial sec ou sursaturé. Le chapitre qui suit va présenter cette méthodologie.

CHAPITRE II. Méthodologie expérimentale

II.1.	Introduction.....	44
II.2.	Roches retenues pour le travail de recherche	44
II.2.1.	Présentation des roches utilisées	44
II.2.2.	Étude minéralogique	47
II.2.3.	Caractéristiques physiques des roches.....	52
II.2.4.	Fabrication des pierres pour les composites	62
II.2.5.	Mesure de l'état de surface des pierres	64
II.2.6.	Fabrication des granulats pour les mortiers.....	69
II.2.7.	Granulométrie et absorption d'eau des sables	72
II.3.	Ciment	76
II.3.1.	Ciment utilisé.....	76
II.3.2.	Compositions des pâtes de ciment	76
II.3.3.	Préparation des pâtes de ciment.....	77
II.3.4.	Résistance en traction des pâtes de ciment	77
II.4.	Fabrication des composites « roche-pâte de ciment »	77
II.4.1.	Compositions des composites « roche-pâtes de ciment »	77
II.4.2.	Composite pour l'essai de traction	79
II.4.3.	Composite pour l'essai de cisaillement	83
II.5.	Fabrication des mortiers	86
II.5.1.	Composition des mortiers	86
II.5.2.	Malaxage du mortier	88
II.5.3.	Moulage et conservation des éprouvettes.....	89
II.5.4.	Essais mécaniques réalisés sur les éprouvettes 4 x 4 x 16 cm ³	89
II.6.	Caractérisation microstructurale des faciès de rupture par microscope optique	89
II.7.	Caractérisation microstructurale des sections polies par le MEB	89
II.7.1.	Principe du microscope électronique à balayage (MEB)	90
II.7.2.	Le microscope électronique à balayage Quanta 200 Feg	91
II.7.3.	Préparation des sections polies	93
II.7.4.	Observation et analyse chimique des échantillons au MEB	96
II.7.5.	Technique d'analyse d'images.....	97
II.8.	Conclusion	105

II.1. Introduction

La première partie de ce chapitre va nous permettre de présenter les résultats des caractérisations minéralogique et physique des différentes roches retenues, l'objectif principal étant de disposer de matériaux présentant une large gamme de porosité et donc d'absorption. La deuxième partie va nous permettre de présenter les différentes techniques d'élaboration des composites « roche-pâte de ciment » et des mortier à base de sable sans fines ainsi que les méthodologies mises au point et permettant de mesurer les propriétés mécaniques de ces assemblages et permettant aussi de quantifier la mésostructure de ces assemblages.

II.2. Roches retenues pour le travail de recherche

Ce paragraphe est destiné à la caractérisation des roches et des granulats utilisés. Les roches ont été étudiées sous l'aspect minéralogique, physique et mécanique. Les fabrications des pierres pour les assemblages composites roches-pâtes de ciment et des granulats pour les mortiers sont également présentées dans cette partie.

II.2.1. Présentation des roches utilisées

Dans le cadre de cette thèse, quatre roches ont été sélectionnées pour le programme expérimental.

Trois roches calcaires de compositions minéralogiques similaires mais de différents niveaux de porosité ont été choisies pour étudier l'influence de la porosité, de l'absorption d'eau sur les propriétés mécaniques et microstructurales des matériaux cimentaires. Parmi ces trois roches, l'une est de faible porosité, l'autre de porosité moyenne, la dernière de forte porosité. La porosité de cette dernière est équivalente à celle des granulats utilisés pour les bétons légers et les bétons de démolition. Une autre roche volcanique de faible porosité (basalte) est utilisée comme matériau de référence peu poreux.

Ces quatre roches sont les suivantes :

Le **calcaire rose (CR)** provient de la carrière de Laval du Tarn dans le département de la Lozère. Cette carrière fait partie des carrières ornementales en Lozère fournissant des blocs d'enrochement, des pierres de taille, des dalles et des lauzes calcaires.

Il s'agit d'un calcaire très compact à grain fin de couleur rose feutrée. Il apparaît à la période du Jurassique (de 145 à 200 millions d'années d'existence).

Le **calcaire gris (CG)** provient de la carrière de Roquemaillère (carrière Romaine) au nord de Nîmes dans le département du Gard.

La position géologique de la carrière de Roquemaillère se situe au troisième étage néocomien (de 93,5 à 99,6 millions d'années d'existence). Cette carrière est exploitée depuis l'Antiquité. Les Romains ont extrait les premières pierres de la carrière pour bâtir Nîmes.

Actuellement, l'extraction s'effectue soit par des haveuses verticales ou par perforation et éclatement au coin hydraulique, en blocs pouvant atteindre 4 m³. Les blocs de belle taille sont sciés en tranches de 3-4 cm pour des revêtements de façades, des éléments de voirie urbaine. Le reste des blocs fournit des blocs de grande taille, des enrochements et des moellons.

Il s'agit d'un calcaire veiné, compact à grain fin de couleur gris bleuté. Cette roche ne prend pas le poli brillant, seulement l'adouci.

Le **calcaire beige (CB)** provient de la carrière de Barutel (entreprise SELE) à 10 kilomètres au nord-ouest de Nîmes, département du Gard.

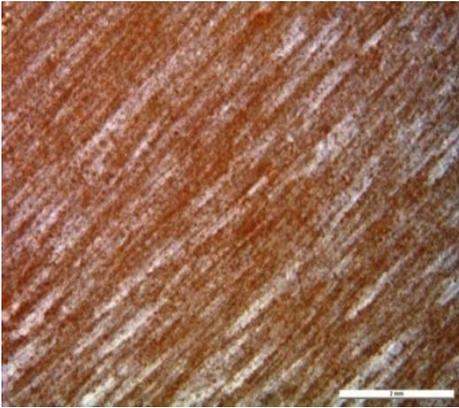
Ce calcaire a été extrait depuis l'époque romaine pour fournir de grandes pierres de taille, des marches, des dalles, des colonnes et des chapiteaux pour les villes de Nîmes et de Marseille.

Ce calcaire apparaît au même temps géologique que celui de Roquemaillère (troisième étage néocomien). C'est un calcaire poreux de couleur beige adoucie.

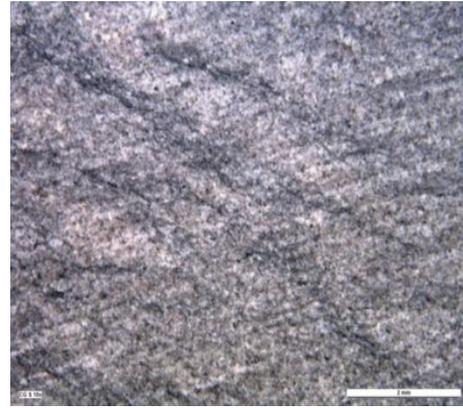
Le **basalte (BA)** provient de la carrière des Roches Bleus à Saint Thibéry dans le département de l'Hérault. Cette roche d'origine volcanique date de la période des premières glaciations (environ 500 mille années d'existence). La carrière, où l'abattage est fait à l'explosif, fournit surtout des concassés pour l'empierrement.

Il s'agit d'un basalte gris-bleu très sombre, finement bulleux.

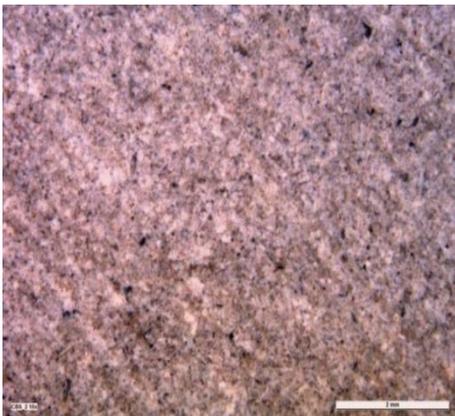
L'aspect visuel de ces quatre roches est présenté figure II.1.



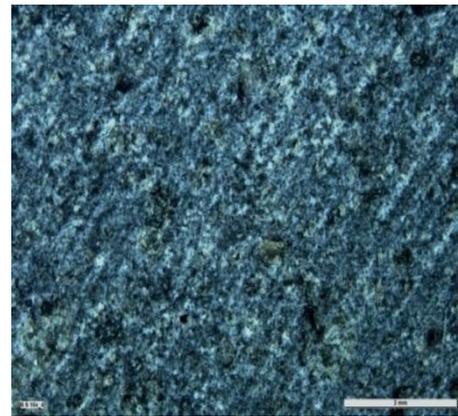
Calcaire rose



Calcaire gris



Calcaire beige



Basalte

Figure II.1. Aspect visuel des roches (faces sciées, barre d'échelle : 2mm)

La figure II.2 présente les lieux d'extraction des roches utilisées sur la carte des carrières de la région Languedoc-Roussillon.

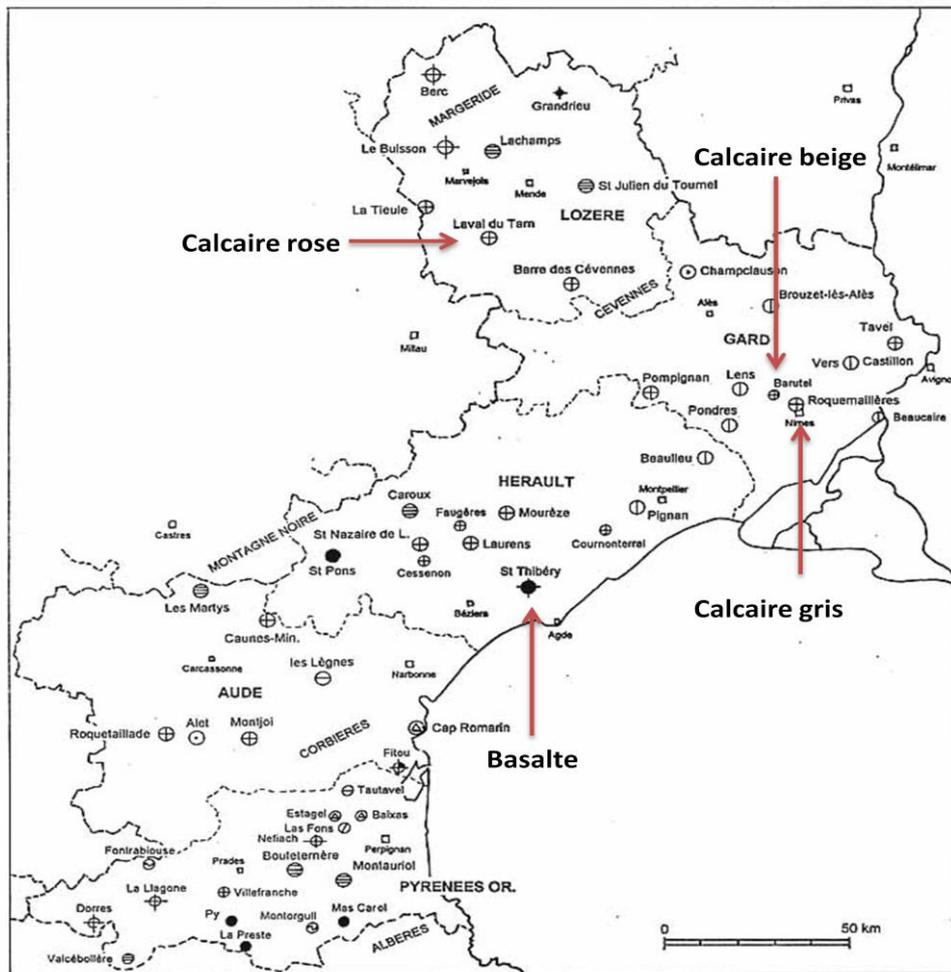


Figure II.2. Lieux d'extraction des roches sur la carte des carrières de la région Languedoc-Roussillon

II.2.2. Étude minéralogique

❖ Analyse en diffraction des Rayons X (DRX)

La minéralogie des matériaux est effectuée par l'analyse en diffraction aux rayons X (DRX) sur des poudres des échantillons des trois calcaires et du basalte.

Des analyses DRX ont été réalisées par un diffractomètre de rayons X du modèle D8 Advance Bruker, opérant avec une anticathode de cuivre K à 40 KV et 40 mA de 2,5 à 70°.

➤ Les calcaires

Les diffractogrammes des poudres de ces trois calcaires montrent que ces calcaires sont très riches en calcite (CaCO_3) (Figure II.3).

- Le calcaire rose présente une quantité infime de dolomite ($\text{Ca Mg}(\text{CO}_3)_2$).
- Le calcaire gris et le calcaire beige présentent une quantité assez importante de quartz (SiO_2) et de dolomite. Leurs spectres sont quasiment identiques.

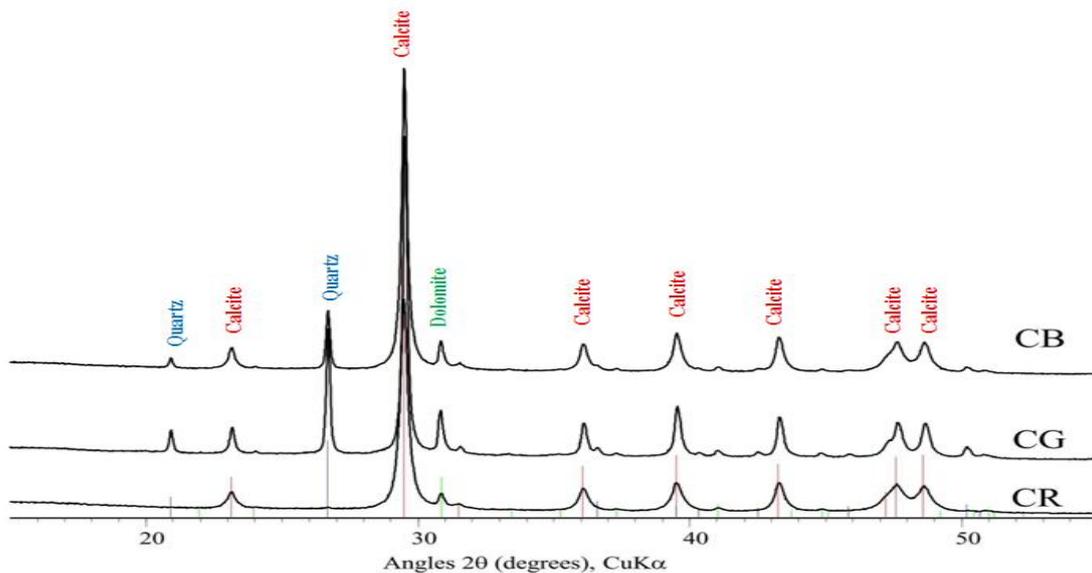


Figure II.3. Diffractogrammes des échantillons CR (Calcaire rose), CG (Calcaire gris) et CB (Calcaire beige)

➤ Le basalte

Le diffractogramme des poudres du basalte présente des pics majeurs de Diopside ($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$) et d'Anorthite ($(\text{Ca}, \text{Na})(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_8$). Une deuxième série de pics indique la présence de Nepheline ($(\text{Na}, \text{K}) \text{Al SiO}_4$) et de Forsterite ($(\text{Mg}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4$). Il existe aussi des pics mineurs de Sodalite ($\text{Na}_8(\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24})(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$) et d'Orthoclase ($\text{Al}(\text{K}, \text{Na})\text{Si}_3\text{O}_8$) (Figure II.4).

Ce basalte est composé de Feldspath plagioclase (Anorthite), de Pyroxènes (Phonolite ou augite), d'Olivine (Forsterite), de Feldspathoïdes (Nepheline et Sodalite) et d'une petite quantité de Feldspath potassique (Orthoclase).

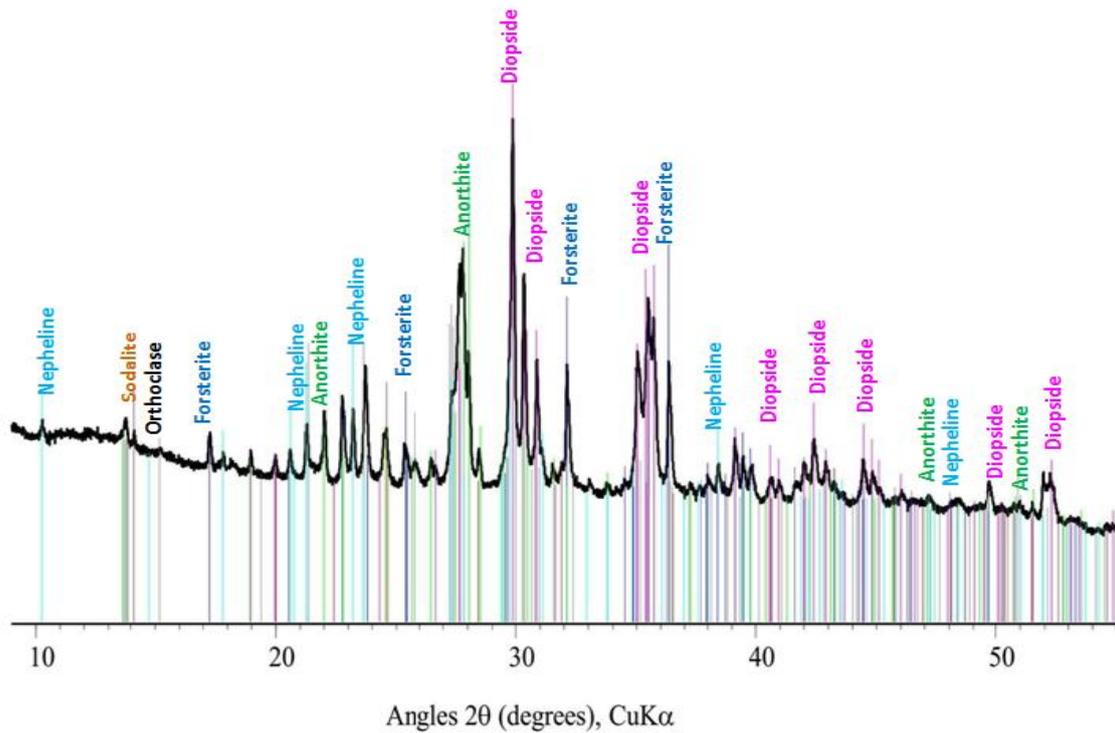


Figure II.4. Diffractogramme de poudre de basalte

❖ Analyse de la dispersion en énergie des rayons X (EDS)

La composition chimique élémentaire des roches a été analysée au microscope électronique à balayage (MEB) par EDS. La superposition des cartographies X de différents éléments chimiques permet de distinguer les phases minéralogiques existantes dans la roche. Les analyses EDS confirment les résultats obtenus par DRX.

➤ Analyse EDS du calcaire rose

Les phases de la calcite et de la dolomite sont divisées par la superposition des cartographies X des éléments Ca et Mg (en couleur rouge et verte, respectivement) (Figure II.5).

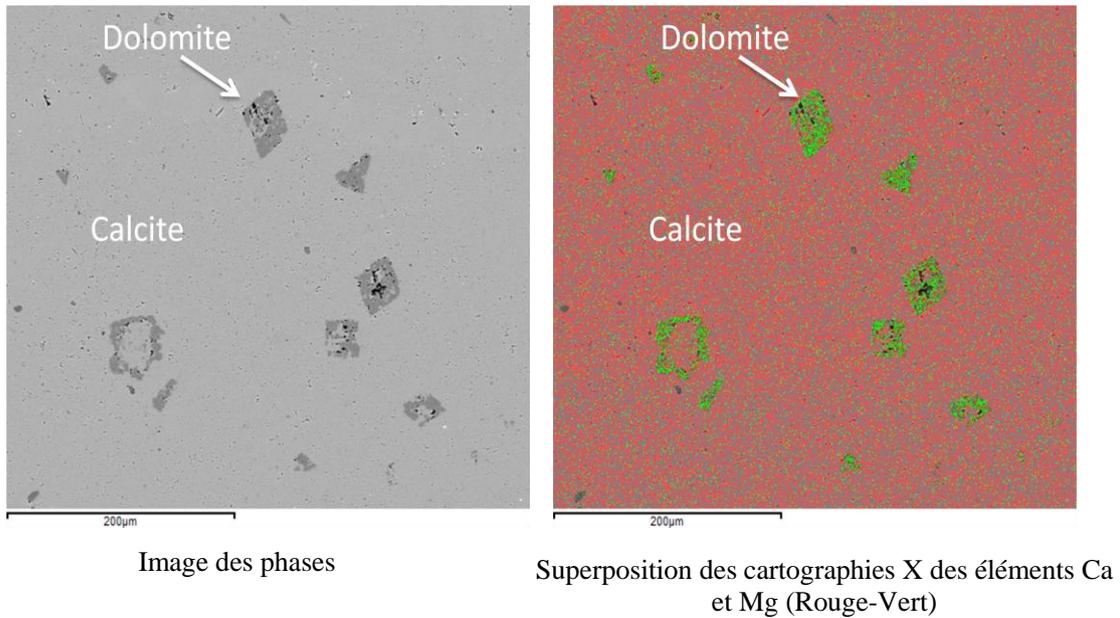


Figure II.5. Analyse EDS du calcaire rose

➤ **Analyse EDS du calcaire gris**

La superposition des cartographies X des éléments Ca (rouge), Mg (vert) et Si (bleue) permet de diviser le calcaire gris en trois phases : la calcite, la dolomite et le quartz (Figure II.6). Les résultats montrent la phase dominante de calcite et les deux phases mineures de dolomite et de quartz.

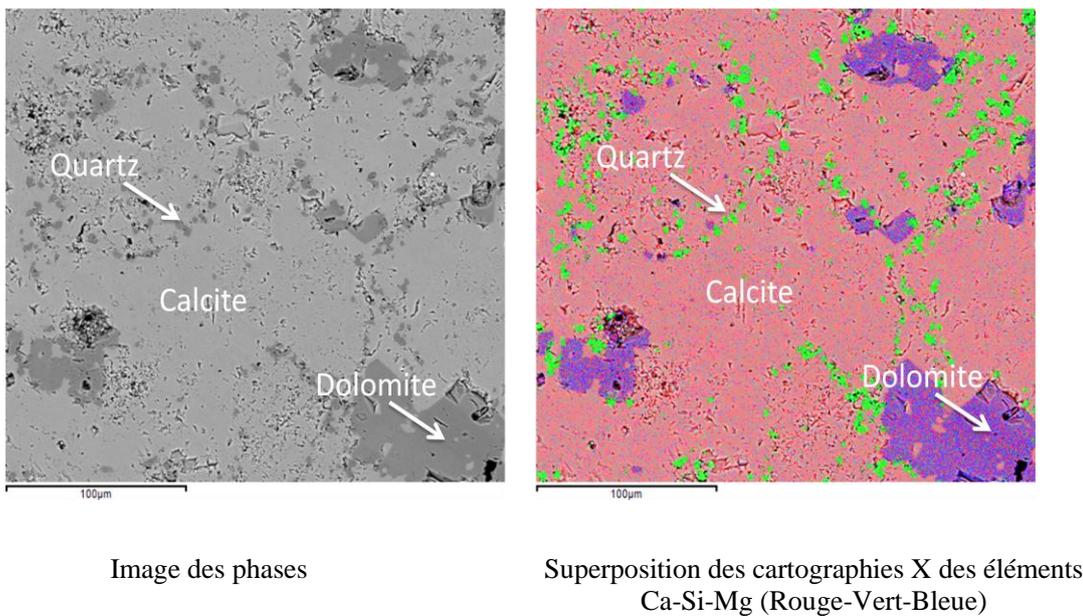


Figure II.6. Analyse EDS du calcaire gris

➤ **Analyse EDS du calcaire beige**

De façon similaire au calcaire gris, le calcaire beige est divisé en trois phases en superposant des cartographies X des éléments Ca (rouge), Mg (vert) et Si (bleue) (Figure II.7). L'analyse EDS montre que la phase dominante est constituée par la calcite et que l'on trouve de la dolomite et du quartz. Ce résultat est conforme à celui de l'analyse DRX.

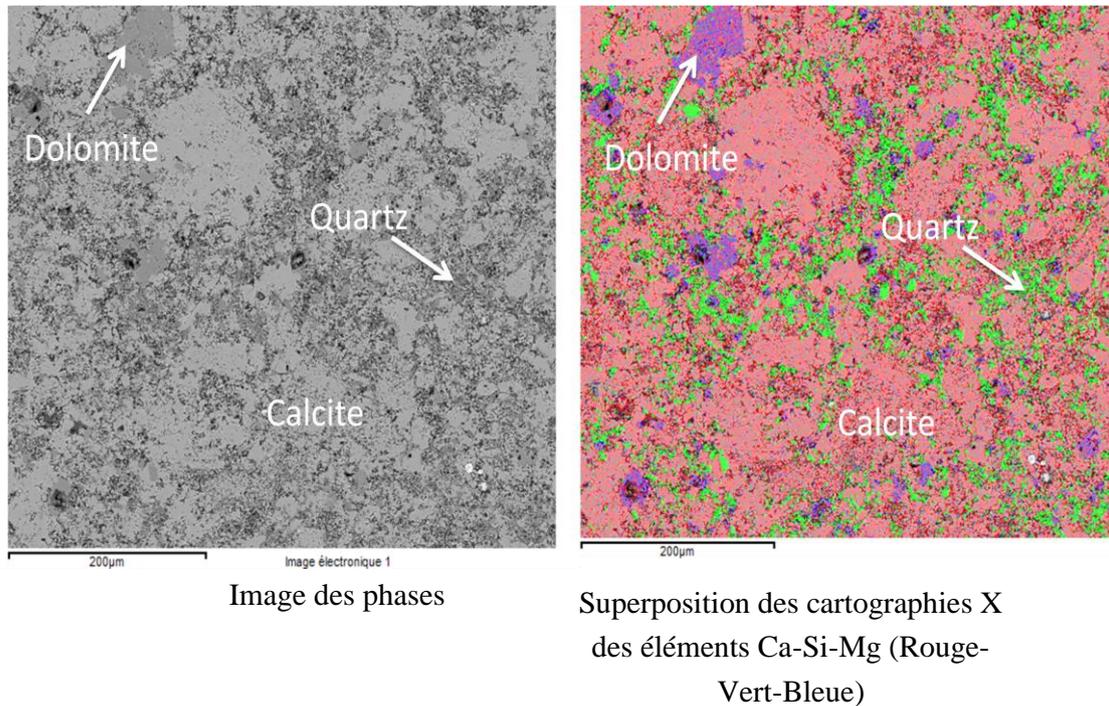


Figure II.7. Analyse EDS du calcaire beige

➤ **Analyse EDS du basalte**

L'analyse élémentaire permet de distinguer les phases principales du basalte comme le diopside, l'anorthite, la néphéline, la forstérite (Figure II.8). La présence de la sodalite et de l'orthoclase n'est pas évidente sur l'image des phases car elle possède les mêmes éléments chimiques que celles de la néphéline ; en plus, leurs quantités sont faibles.

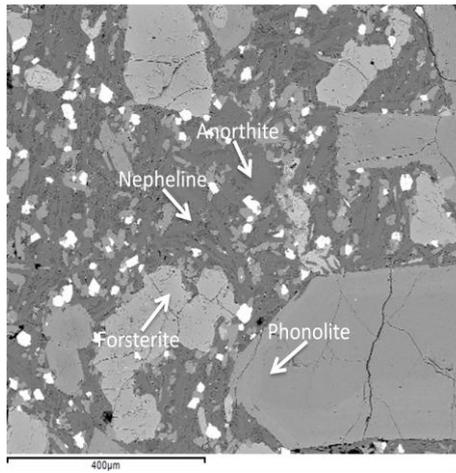
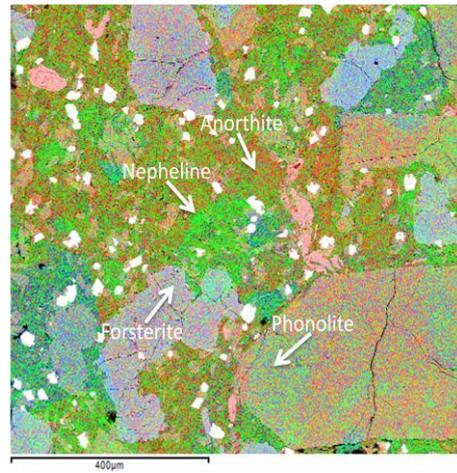
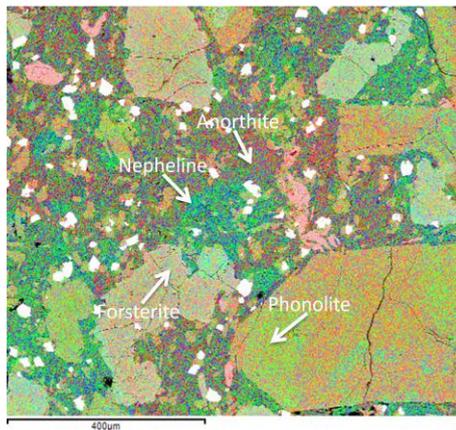


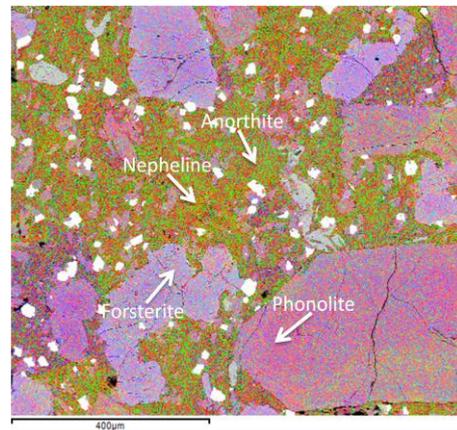
Image des phases



Superposition des cartographies X des éléments Ca-Si-Mg (Rouge-Vert-Bleue)



Superposition des cartographies X des éléments Ca-Si-Al (Rouge-Vert-Bleue)



Superposition des cartographies X des éléments Si-Al-Mg (Rouge-Vert-Bleue)

Figure II.8. Analyse EDS du basalte

II.2.3. Caractéristiques physiques des roches

❖ Détermination des porosités ouverte et totale et des masses volumiques réelle et apparente

Les porosités ouverte et totale ainsi que la masse volumique apparente des roches sont mesurées par absorption d'eau sous vide et pesée hydrostatique selon le mode opératoire de la norme NF EN 1936 (mai 2007).

La masse volumique apparente est exprimée par le rapport de la masse de l'éprouvette sèche à la différence entre la masse de l'éprouvette saturée et la masse de l'éprouvette immergée dans l'eau.

La porosité ouverte est exprimée par le rapport entre le volume des pores ouverts (accessibles à l'eau) et le volume apparent de l'éprouvette.

La masse volumique absolue a été mesurée au pycnomètre à hélium. Elle est exprimée par le rapport entre la masse de l'éprouvette broyée et séchée et le volume de l'éprouvette déterminé par pycnométrie à hélium.

La porosité totale est déterminée en connaissant les masses volumiques absolue et apparente. Elle est exprimée par le rapport du volume des pores (ouvert et fermé) au volume apparent de l'éprouvette.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau II.1.

	CR	CG	CB	BA
Masse volumique absolue (kg/m ³)	2724	2723	2714	3044
Masse volumique apparente (kg/m ³)	2651	2510	2149	2939
Porosité ouverte (%)	1,30	4,80	17,20	1,90
Porosité totale (%)	2,7	7,8	20,8	3,4

Tableau II.1. Masses volumiques et porosités des roches

On trouve que les masses volumiques absolues de trois calcaires sont équivalentes. Elles sont inférieures à celle du basalte en raison de la différence de composition minéralogique.

A partir des résultats obtenus, on peut classer la porosité des roches en trois niveaux : le calcaire rose et le basalte sont de faibles porosités, le calcaire gris est de porosité moyenne, le calcaire beige est de forte porosité. La porosité totale du calcaire beige est d'environ 6 à 8 fois celle du calcaire rose et du basalte. Pour les trois calcaires, l'augmentation de la porosité est à mettre en relation avec des proportions de quartz et de dolomite plus importantes, c'est-à-dire des calcaires de plus en plus impurs (paragraphe II.2.2). Les porosités ouverte et totale du calcaire beige sont environ 3 à 4 fois plus élevées que celles du calcaire gris. Les pores ouverts du calcaire rose, calcaire gris et du basalte présentent environ 50-60% du volume des pores dans ces trois roches. Dans le cas du calcaire beige, la

plupart des pores est accessible à l'eau. La porosité ouverte de cette roche occupe 83% de sa porosité totale.

❖ **Détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité**

Le coefficient d'absorption d'eau par capillarité est mesuré selon la norme NF EN 1925 (mars 1999): « Méthode d'essai pour pierres naturelles : détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité ».

L'essai est effectué dans une enceinte à 20°C et 90% d'humidité relative. La base des éprouvettes est immergée sur une hauteur de 3 mm dans l'eau potable à une température de 20°C. Le niveau d'eau est maintenu constant pendant toute la durée de l'essai.

Cette mesure consiste à déterminer la prise de masse par absorption capillaire d'un matériau préalablement sec, à des intervalles de temps définis. Le choix des temps dépend du type de pierre.

- Pour une pierre très absorbante, des temps t_i convenables sont : 1 min; 3 min; 5 min ; 10 min; 15 min; 30 min; 60 min; 480 min (8 heures); 1440 min (24 heures).
- Pour une pierre peu absorbante, des temps t_i convenables sont : 30 min; 60 min; 180 min ; 480 min; 1440 min ; 2880 min (48 heures); 4320 min (72 heures).

L'essai est terminé lorsque la différence entre deux pesées successives n'est pas supérieure à 1% de la masse d'eau absorbée par l'éprouvette depuis le début de l'essai. En se basant sur ce critère, les essais d'absorption du calcaire rose, calcaire gris et du basalte se terminent à 192 heures (8 jours). L'essai sur le calcaire beige se termine à 72 heures (3 jours).

Les cinétiques d'absorption d'eau par capillarité des roches pendant les 72 premières heures sont présentées dans les figures II.9-10.

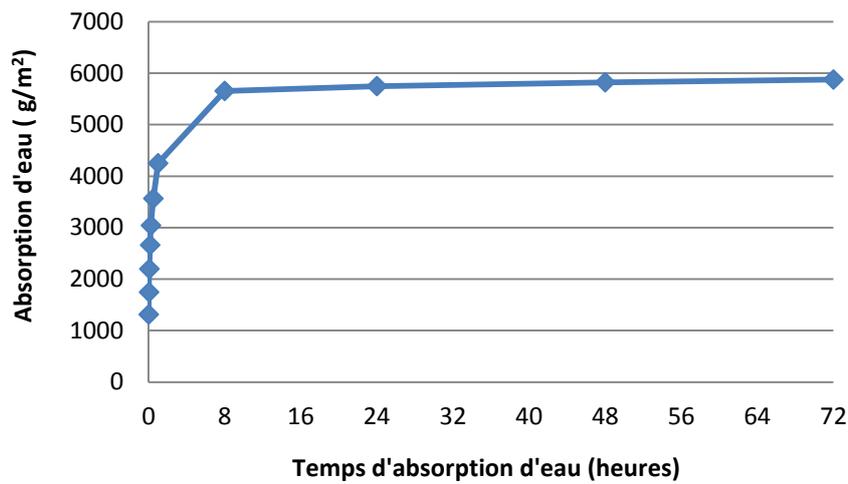


Figure II.9. Cinétique d'absorption d'eau par capillarité du calcaire beige pendant 72 heures.

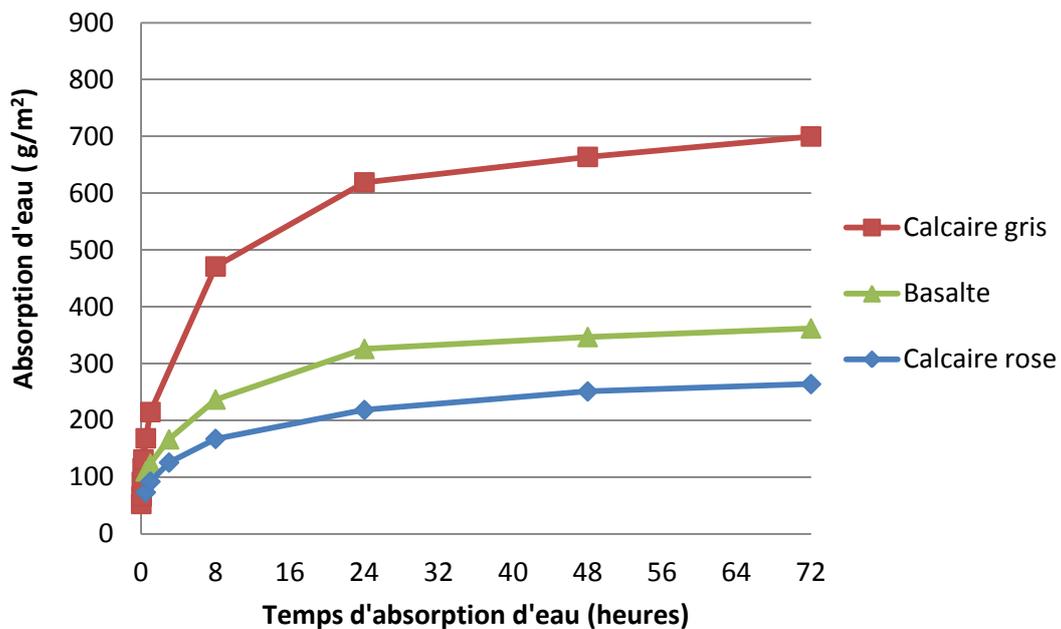


Figure II.10. Cinétique d'absorption d'eau par capillarité du calcaire rose, calcaire gris et du basalte pendant 72 heures.

La capacité relative d'absorption est définie comme le rapport entre l'absorption d'eau par capillarité au temps t_i et l'absorption d'eau totale par capillarité au temps final (72 heures pour le calcaire beige et 192 heures pour le calcaire rose, le calcaire gris et le basalte). La figure II.11 présente la capacité relative d'absorption d'eau par capillarité des roches

pendant la première heure d'immersion dans l'eau. Parmi les quatre roches, le calcaire beige est le plus absorbant et présente une cinétique d'absorption plus rapide. Sa capacité relative d'absorption à 30 minutes d'immersion dans l'eau est d'environ 60%. Les trois roches, le calcaire rose, le basalte et le calcaire gris, absorbent de l'eau avec une vitesse plus faible que le calcaire beige. Leurs capacités relatives d'absorption à une heure sont d'environ 30% alors que celle du calcaire beige est d'environ 70%.

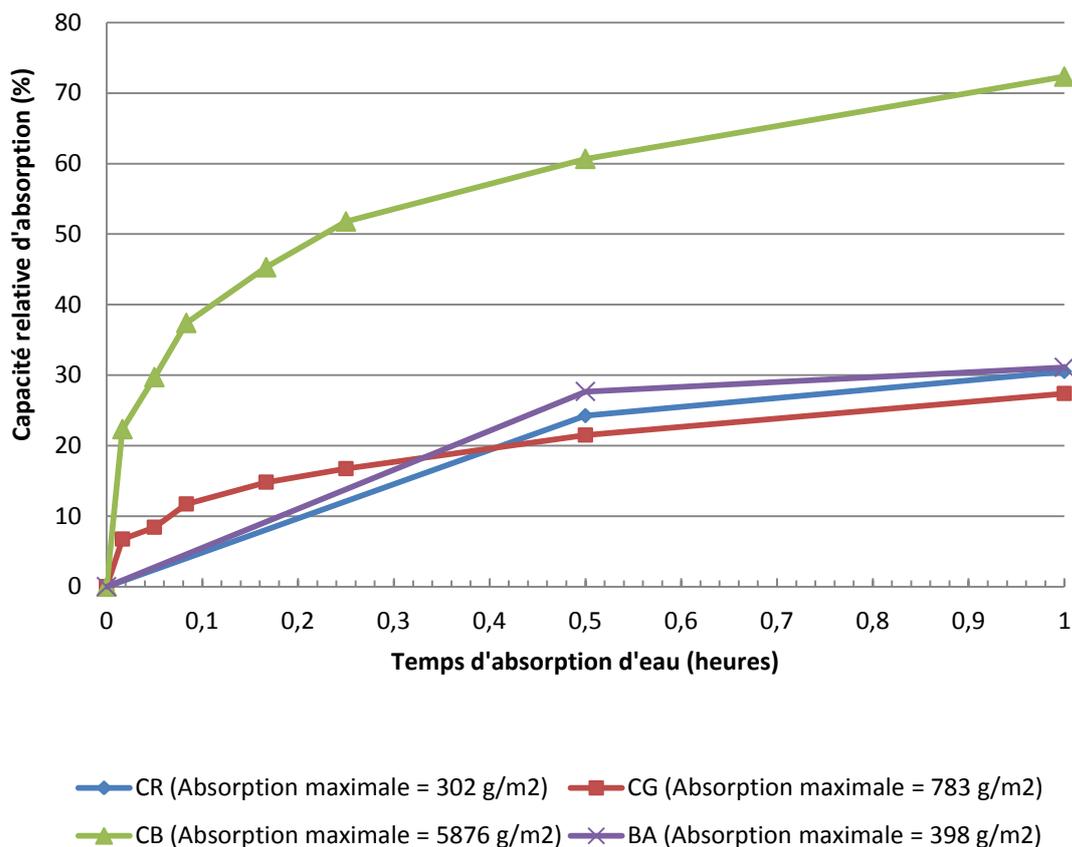


Figure II.11. Capacité relative d'absorption d'eau par capillarité des roches pendant la première heure

Le coefficient d'absorption d'eau par capillarité est déterminé par la pente linéaire de la première partie de la cinétique d'absorption représentée en racine carrée du temps (Figure II.12-Figure II.13-Figure II.14-Figure II.15). Le tableau II.2 présente les coefficients d'absorption d'eau par capillarité des roches.

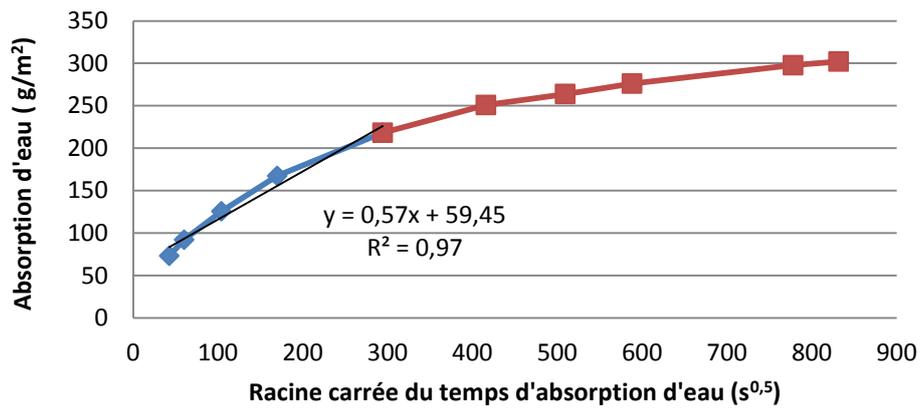


Figure II.12. Absorption d'eau par capillarité du calcaire rose

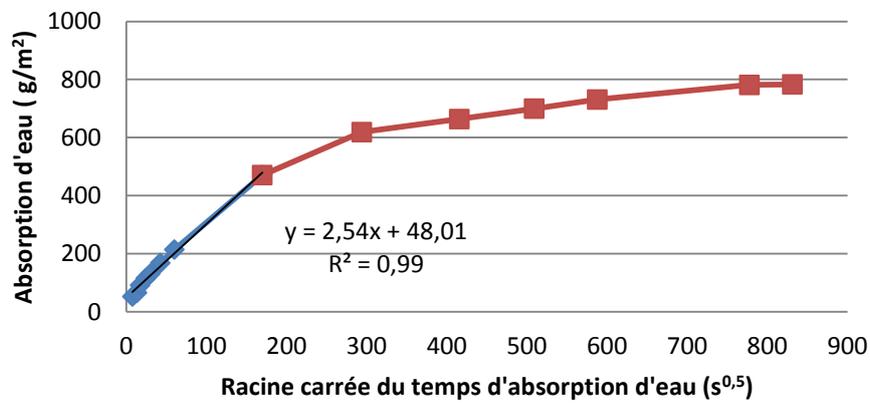


Figure II.13. Absorption d'eau par capillarité du calcaire gris

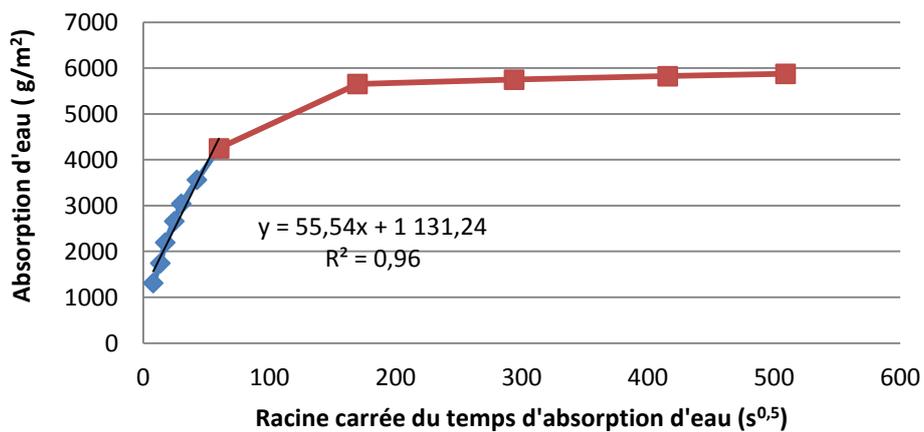


Figure II.14. Absorption d'eau par capillarité du calcaire beige

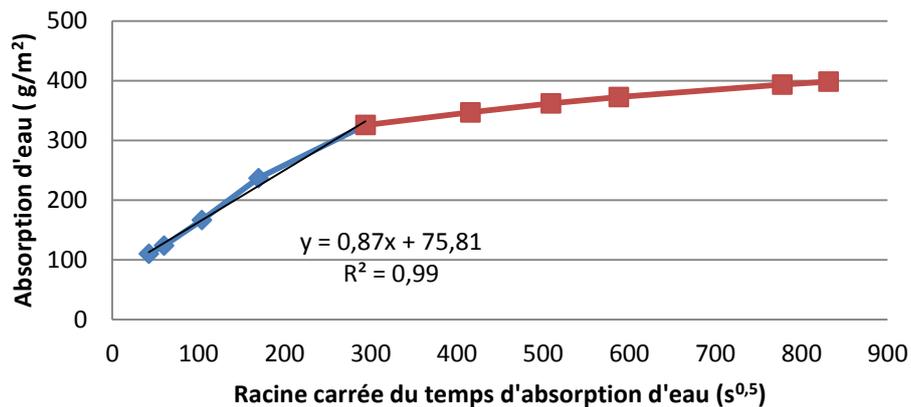


Figure II.15. Absorption d'eau par capillarité du basalte

Roche	Coefficient d'absorption d'eau par capillarité ($g/m^2/s^{0,5}$)
Calcaire rose	0,57
Calcaire gris	2,54
Calcaire beige	55,53
Basalte	0,87

Tableau II.2. Coefficient d'absorption d'eau par capillarité des roches

Les résultats obtenus nous montrent que la vitesse d'absorption d'eau du calcaire rose et du basalte est plus faible. Leurs coefficients d'absorption d'eau par capillarité sont très faibles (inférieur à $1 g/m^2/s^{0,5}$). Parmi les quatre roches, le calcaire rose présente une vitesse et une capacité d'absorption plus faibles.

Les résultats sur l'absorption d'eau par capillarité montrent une bonne concordance avec la porosité ouverte des roches. Plus la porosité ouverte de la roche est élevée, plus la capacité d'absorption d'eau par capillarité augmente.

La cinétique d'absorption d'eau des roches montre que, après 24 heures, les roches continuent à absorber de l'eau mais avec une cinétique faible par rapport à celle pendant les premières 24 heures.

❖ Vitesse de propagation du son

La mesure de la vitesse de propagation du son est souvent utilisée pour donner des informations sur les propriétés structurales de la roche.

La propagation des ondes soniques ou ultra soniques est sensible à l'assemblage minéralogique, la forme, la distribution et l'orientation cristallographique préférentielle des composants. Elle est également affectée par la taille et l'orientation des défauts tels que des pores et des fissures. Une roche bien compacte a généralement une vitesse élevée car les grains sont bien en contact et les ondes peuvent passer à travers les grains solides. C'est pourquoi la vitesse de propagation du son est un indicateur de la compacité, de la porosité des matériaux et de leur état de fissuration.

La mesure de la vitesse de propagation du son a été effectuée selon la norme NF B 10-505. Les résultats de mesure de la vitesse de propagation du son (Tableau II.3) montrent que, parmi les quatre roches, le calcaire rose et le basalte sont plus denses, le calcaire beige est plus poreux.

Roche	Vitesse de propagation du son (m/s)
Calcaire rose	6786
Calcaire gris	5493
Calcaire beige	3878
Basalte	6333

Tableau II.3. Vitesse de propagation du son des roches

❖ Résistance en compression

Les résultats de la résistance en compression des roches (Tableau II.4) sont extraits des fiches techniques des carrières où on a prélevé les roches.

Selon la classification des roches en fonction de la résistance en compression de l'AFTES (Association Française des Tunnels et de l'Espace Souterrain), les trois roches : calcaire rose, calcaire gris, basalte sont de résistances très élevées (environ 200 MPa), le calcaire beige est de résistance moyenne (environ 60 MPa).

Les résistances mécaniques à la compression du calcaire rose, du calcaire gris et du basalte sont équivalentes. Leurs résistances à la compression est trois à quatre fois supérieure à celle du calcaire beige.

La résistance en compression des roches est liée strictement à la vitesse de propagation du son car ces deux facteurs dépendent de la compacité et de l'état de fissuration des matériaux. Elle dépend également de la porosité totale des roches. La vitesse de propagation du son du calcaire beige est beaucoup plus faible que celle du calcaire rose, du calcaire gris et du basalte. La porosité totale du calcaire beige est beaucoup plus importante que celle de trois autres. Cela indique que cette roche est moins compacte que les trois autres; c'est pourquoi elle est plus faible en résistance à la compression.

Roche	Résistance en compression (MPa)
Calcaire rose	190-250
Calcaire gris	160-240
Calcaire beige	50-65
Basalte	170-220

Tableau II.4. Résistance en compression des roches

❖ Résistance en traction

Les résistances en traction des roches ont été mesurées par l'essai de traction par fendage (essai brésilien). C'est l'essai le plus utilisé pour les roches grâce à sa grande simplicité et à la faible dispersion des résultats obtenus.

Les résultats de la résistance en traction des roches sont présentés tableau II.5. Ces résultats montrent que les trois roches : calcaire rose, calcaire gris et basalte ont un même niveau de résistance en traction (de l'ordre de 15 à 25 MPa). Leurs résistances en traction est trois à quatre fois supérieure à celle du calcaire beige.

Roche	Résistance en traction (MPa)	Ecart-type (MPa)
Calcaire rose	21,7	3
Calcaire gris	17,7	0,9
Calcaire beige	5,7	0,2
Basalte	16,9	1,3

Tableau II.5. Résistance en traction par fendage des roches

❖ Relation entre les résistances mécaniques et la porosité totale des trois roches calcaires

Les figures II.16-17 présentent la relation entre la résistance compression moyenne /résistance en traction et la porosité totale des trois roches calcaires. Pour ces trois roches de compositions minéralogiques similaires, deux matériaux ont des résistances très élevées: le calcaire rose et le calcaire gris dans l'ordre du plus résistant au moins résistant et un matériau de résistance beaucoup plus faible que les deux premières : le calcaire beige. On constate que la résistance en compression/traction décroît lorsque la porosité totale de la roche augmente.

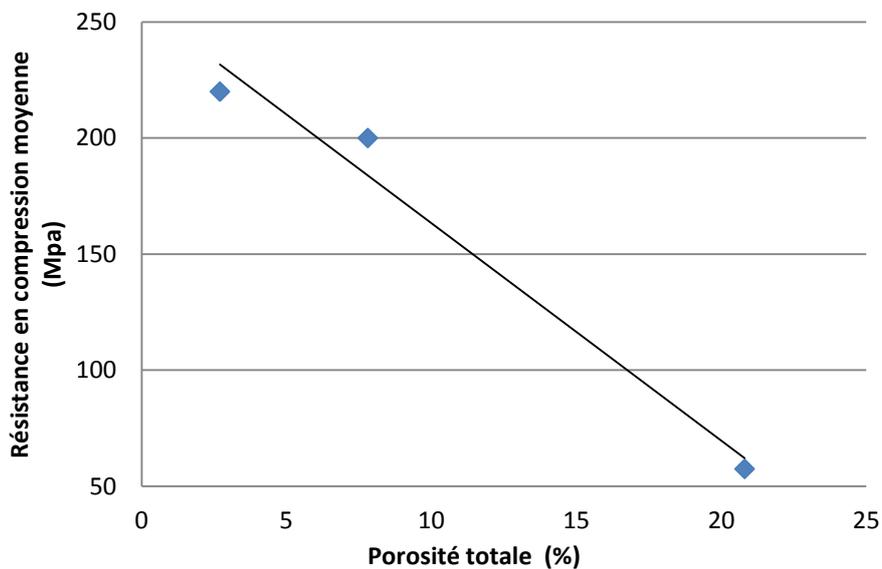


Figure II.16. Relation entre la résistance en compression moyenne et la porosité totale des trois roches calcaires

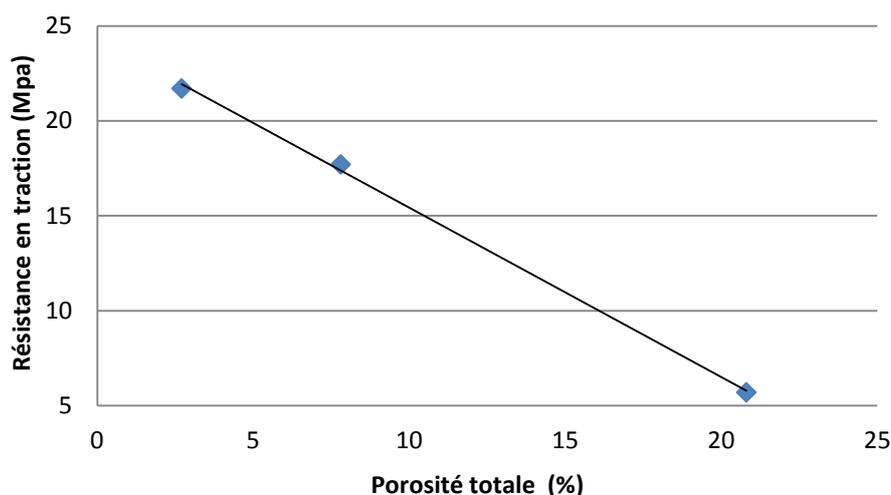


Figure II.17. Relation entre la résistance en traction et la porosité totale des trois roches calcaires

II.2.4. Fabrication des pierres pour les composites

Dans notre programme expérimental, deux types d'échantillons de pierre ont été fabriqués pour deux types de composites « roche-pâte de ciment » : l'un est de forme cubique pour le test de traction, l'autre de forme cylindrique pour le test de cisaillement. Les détails de ces composites sont présentés dans le paragraphe II.4.

Pour évaluer l'influence de l'état de surface et de la teneur en eau des roches sur la résistance mécanique des composites « roche-pâte de ciment », les pierres sont utilisées à l'état sec et à l'état imbibé avec deux états de surface : la surface brute de sciage et la surface polie.

Les pierres à l'état sec sont obtenues par le séchage à 110°C pendant 24 heures puis elles sont refroidies à la température du laboratoire. Les pierres à l'état imbibé sont obtenues par l'immersion dans l'eau pendant 24 heures puis leurs surfaces sont essuyées à l'aide d'un chiffon.

❖ Fabrication des pierres cubiques

Les roches à la surface brute de sciage sont obtenues par extraction de cubes de 20 x 20 x 20 mm³ à partir des dalles de roches de 400 x 400 x 20 mm³ (Figure II.18).



Figure II.18. Extraction des morceaux de roches

Pour préparer des pierres de surface polie, les cubes de 21 mm x 20 mm x 20 mm sont coupés à partir des dalles de 400 x 400 x 20 mm³ à l'aide d'une scie diamantée. Ces cubes sont ensuite polis sur les deux faces (A et B) (Figure II.19).

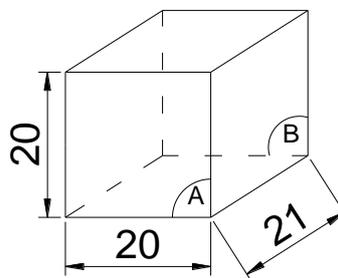


Figure II.19. Cube à polir (deux côtés A et B)

❖ Fabrication des pierres cylindriques

Les pierres cylindriques de 20 mm de diamètre sont prélevées à partir des dalles de roches à l'aide d'une carotteuse puis elles sont coupées à une longueur d'environ 32 mm. Leurs faces supérieures et inférieures sont rectifiées par polissage pour qu'elles soient perpendiculaires à la face latérale (Figure II.20). Après la rectification, la longueur de l'échantillon doit être de 30mm.



Figure II.20. Carottage d'un échantillon (à gauche); Rectification d'une pierre cylindrique (à droite)

❖ Préparation des pierres à surface polie

Deux faces de la pierre cubique et la surface latérale de la pierre cylindrique sont polies en deux temps à l'aide d'un polisseur : d'abord avec un papier abrasif de taille # P120 puis avec un papier abrasif de taille # P240, 40 tours/minutes, pendant 3 minutes à chaque fois. La fixation de la vitesse et du temps de polissage est nécessaire pour s'assurer que les échantillons soient identiques.

II.2.5. Mesure de l'état de surface des pierres

❖ Norme utilisée pour mesurer l'état de surface

Il existe plusieurs dizaines de paramètres pour qualifier l'état de surface d'une pièce, et en particulier sa rugosité.

- L'écart moyen de rugosité R_a par exemple, est la moyenne arithmétique de toutes les distances entre la ligne moyenne et le profil dans une longueur de base.
- Le paramètre R_q (l'écart quadratique de rugosité) est la moyenne quadratique.
- R_z (la hauteur moyenne de profil) est la moyenne des amplitudes entre les hauteurs de saillie et les profondeurs de creux.
- R_p représente la plus grande hauteur de saillie.
- R_v est la profondeur maximale des creux, etc.

La plupart d'entre eux sont définis dans les normes internationales : les normes ISO 12085 (issue notamment des normes Cnomo), ISO 4287, ISO 13565 et DIN 4761, 4762 et 4768. Certains paramètres utilisés pour définir la rugosité sont encore très controversés.

Dans le cadre de cette thèse, c'est la norme NF EN ISO 4287 qui a été retenue pour caractériser l'état de surface.

Cette norme définit différents paramètres de rugosité en les classant en 4 familles : Les paramètres d'amplitude, les paramètres d'espacement, les paramètres hybrides, les courbes et paramètres associés.

Pour caractériser la rugosité des roches, le paramètre le plus utilisé est l'écart moyen arithmétique du profil R_a .

Pour visualiser R_a , on répartit d'une manière uniforme les aires supérieures et inférieures autour de la ligne moyenne m (Figure II.21).

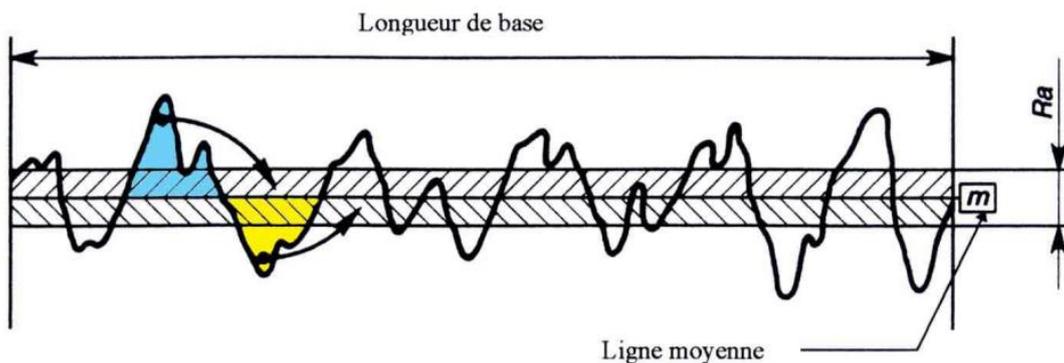


Figure II.21. Méthode du calcul de R_a

Ainsi l'on aura la relation suivante :

$$\sum \text{aires des creux} = \sum \text{aires des saillies} = \frac{1}{2} R_a \cdot \text{longueur de base}$$

On définit :

➤ **Longueur d'évaluation L**

C'est la longueur de l'échantillon de profil utilisée pour déterminer les paramètres liés à l'état de surface.

➤ **Longueur de base l**

C'est une partie de la longueur d'évaluation utilisée pour identifier les irrégularités caractérisant le profil à évaluer.

Les paramètres du profil de rugosité (paramètres R) sont calculés sur une longueur d'évaluation égale à 5 longueurs de base de rugosité :

$$L = 5 l$$

➤ **Choix d'une longueur de base**

La longueur de base pour la mesure de R_a d'un profil non-périodique est déterminée selon la grandeur de R_a (Tableau II.6).

Mesure de R_a (μm)	Longueur de base de la rugosité (μm)	Longueur d'évaluation de la rugosité (μm)
$0,006 < R_a \leq 0,02$	0,08	0,4
$0,02 < R_a \leq 0,1$	0,25	1,25
$0,1 < R_a \leq 2$	0,8	4
$2 < R_a \leq 10$	2,5	12,5
$10 < R_a \leq 80$	8	40

Tableau II.6. Choix d'une longueur de base (Norme NF EN ISO 4287)

➤ **Choix d'une ligne moyenne**

Le choix d'une ligne moyenne se base sur la méthode d'optimisation appropriée. Elle doit être choisie par la méthode des moindres carrés. L'utilisation de la méthode des moindres carrés minimise le carré des résidus (signal de rugosité) entre le profil enregistré et la ligne moyenne.

❖ **Dispositifs de mesure de l'état de surface**

Le dispositif complet est montré figure II.22. Il est constitué :

d'un profilomètre laser :

La mesure de rugosité de surface est effectuée au moyen d'un profilomètre doté d'un capteur de déplacement laser dont la précision de mesure est de $0,1 \mu\text{m}$.

d'un capteur de déplacement :

La mesure de déplacement de l'échantillon est effectuée par un capteur de déplacement électromagnétique (LVTD) dont la précision de mesure est de 0,1 μm .

d'un conditionneur de signal : qui transforme le signal de déplacement du capteur LVTD en tension analogique électrique pour le transférer à une centrale d'acquisition.

d'une centrale d'acquisition: qui collecte et numérise les signaux du capteur de déplacement laser et du capteur LVTD et les transfère à l'ordinateur.

d'une plaque de travail : l'échantillon est posé sur une plaque de travail. Cette plaque est déplacée manuellement à une vitesse de 0,2 mm/s par rotation d'une manette.

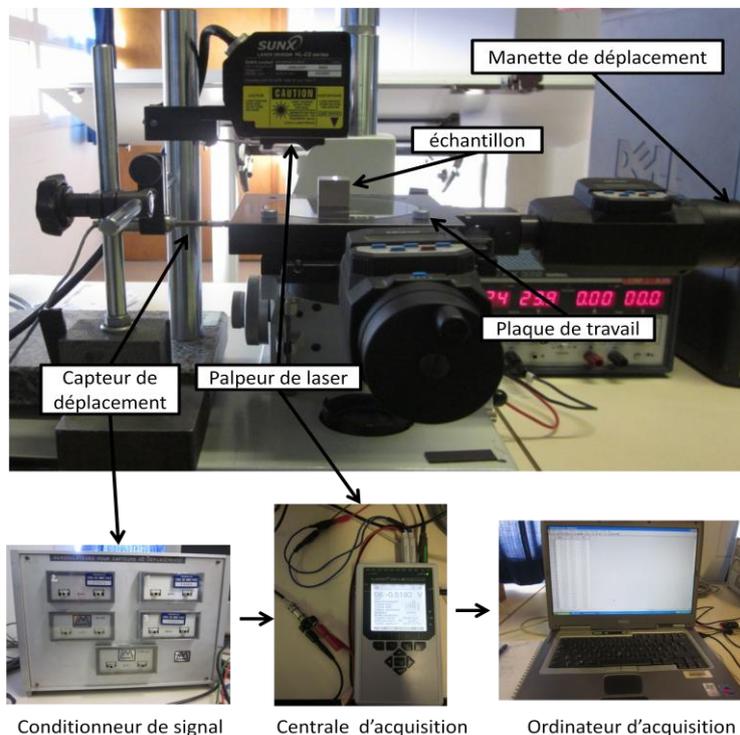


Figure II.22. Dispositifs de mesure de l'état de surface

❖ **Calcul de l'écart moyen de rugosité R_a**

Selon la norme NF EN ISO 4287, le calcul de l'écart moyen de rugosité R_a est effectué après avoir choisi une longueur de base. Si la valeur obtenue du R_a est dans la bonne plage (Tableau II.6), le résultat du calcul est validé. Dans le cas contraire, la longueur de base doit

être affinée et la mesure de R_a est relancée jusqu'à ce que R_a soit dans la bonne plage. Cette boucle est présentée sur la figure II.23.

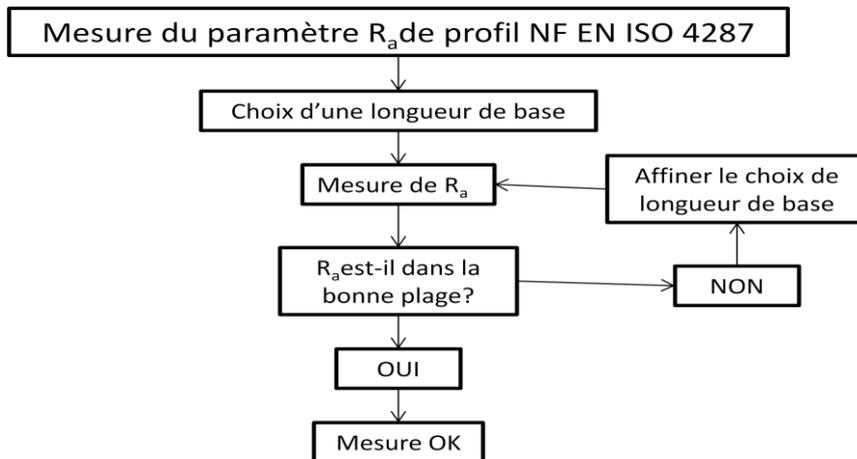


Figure II.23. Méthode pour mesurer R_a

Dans notre cas, il a été choisi une longueur de base de 2,5 mm. Si le R_a calculé est dans l'intervalle de 2 à 10 μm , le calcul est validé. Dans le cas contraire, on affine la longueur de base jusqu'à 0,8 mm et la nouvelle valeur de R_a doit être dans l'intervalle de 0,1 à 2 μm .

Le protocole de mesure et le calcul de R_a sont présentés en détail dans les annexes 1 et 2.

Les rugosités des surfaces brutes de sciage/carottage et des surfaces polies des pierres sont présentées dans le tableau II.7.

Echantillon	Pierre	R_a (μm)	
		Surface polie	Surface brute de sciage/carottage
Cube	CR	1,8	4,8
	CG	1,9	5,1
	CB	2,1	4,7
	BA	2,1	6,3
Cylindre	CR	1,8	6,3
	CG	1,9	6,4
	CB	2,1	6,5
	BA	2,2	7,4

Tableau II.7. La rugosité des pierres

On constate que les échantillons obtenus par carottage ont une rugosité R_a légèrement supérieure à ceux obtenus par sciage. Après polissage les rugosités sont identiques que l'échantillon ait été obtenu par sciage ou carottage.

II.2.6. Fabrication des granulats pour les mortiers

A l'échelle macroscopique, les résistances mécaniques de mortiers sont étudiées et mises en relation avec les propriétés microstructurales de l'interphase granulats-pâtes de ciment. Les mortiers sont réalisés avec des sables concassés issus de quatre roches (le calcaire rose (CR), le calcaire gris (CG) ; le calcaire beige (CB) et le basalte (BA).

La composition granulométrique des sables et les dosages des mortiers sont conformes à la norme EN 196-1.

Le sable est composé selon la norme « sable normalisé CEN EN 196-1 ». La classe granulométrique est de 0,08/2 mm. Sa composition granulométrique doit être comprise entre les limites définies au tableau II.8. Il s'agit donc de sables exempts de fines afin de s'affranchir des phénomènes d'absorption d'eau/demande en eau « parasites » fortement influencés par l'état d'agglomération de ces fines et afin de se concentrer sur l'influence de l'absorption/désorption d'eau de la fraction sableuse constituée par des grains supérieurs à $80 \mu\text{m}$.

Dimension des mailles carrées (mm)	Refus cumulés sur les tamis(%)
2	0
1,6	7 ± 5
1	33 ± 5
0,5	67 ± 5
0,16	87 ± 5
0,08	99 ± 5

Tableau II.8. Composition granulométrique du sable de référence CEN

❖ Préparation des sables

Les sables sont issus du concassage des roches utilisées. Les granulats sont préparés dans notre laboratoire par concassage des roches et séparation par tamisage des fractions granulaires. La procédure de préparation des sables est présentée Figure II.24.

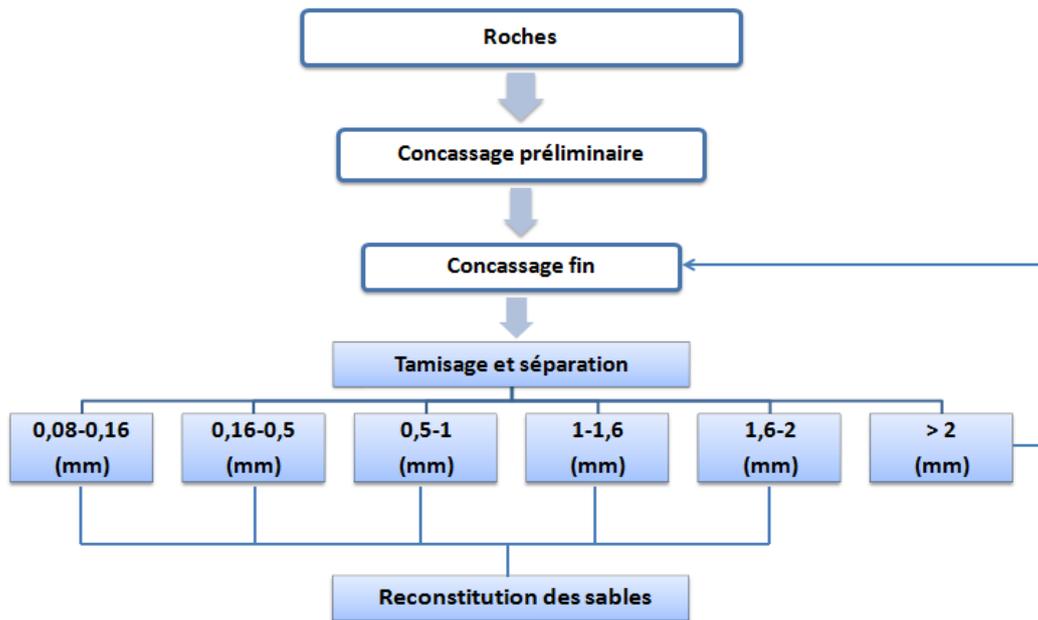


Figure II.24. Procédure de préparation des sables

❖ Concassage préliminaire

Les dalles de roche sont tout d'abord concassées à l'aide d'un concasseur à mâchoire (Figure II.25). L'opération est renouvelée une ou plusieurs fois, pour réduire la taille des fragments obtenus.

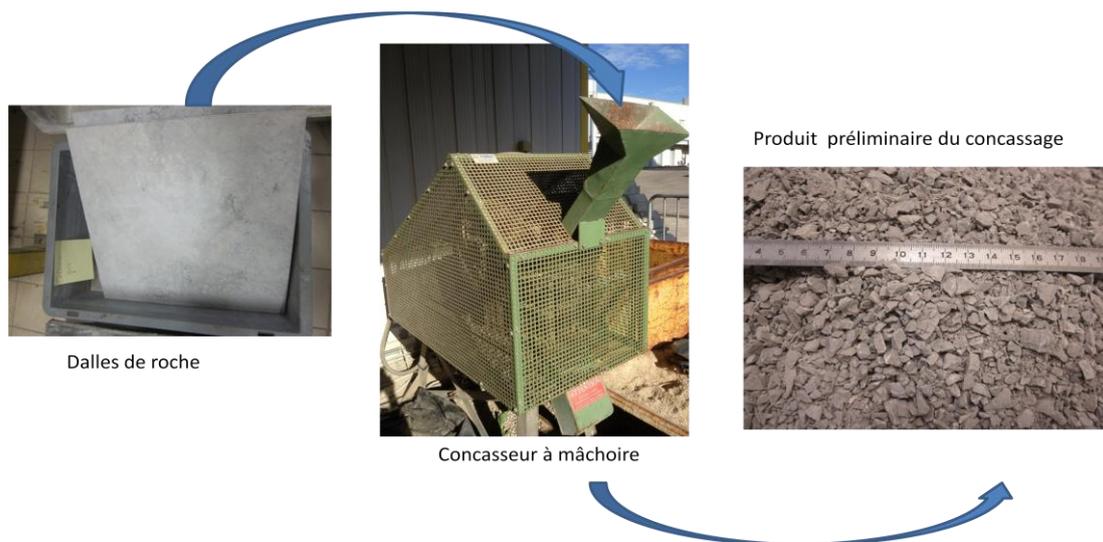


Figure II.25. Concassage des roches

❖ Concassage fin

Le produit de concassage est ensuite concassé plus finement à l'aide d'un concasseur Retsch pour obtenir des granulats de granularité de 0-2 mm (Figure II.26).

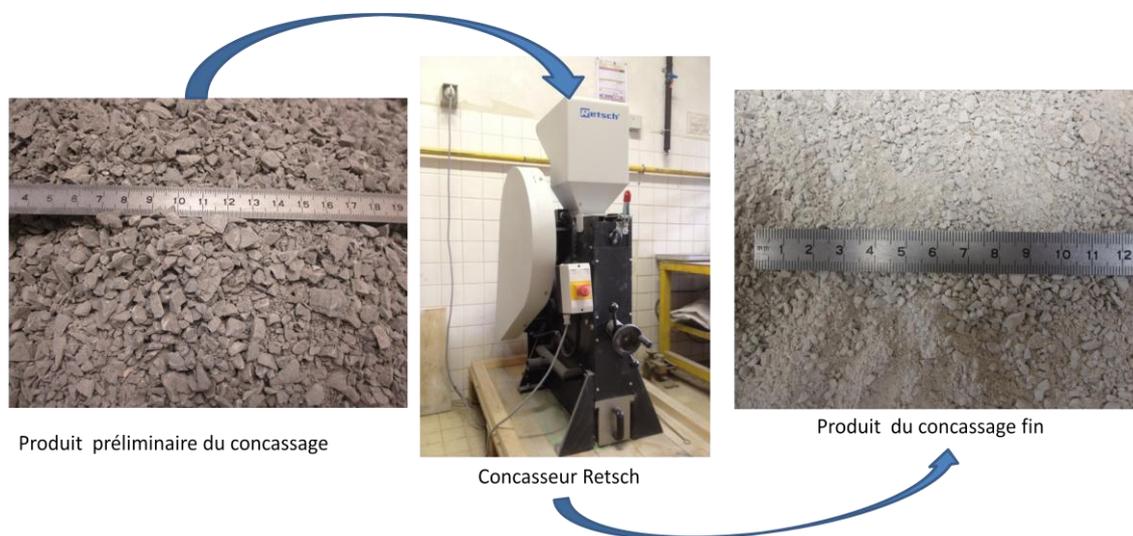


Figure II.26. Concassage fin des pierres

❖ Tamisage et séparation

Le tamisage est réalisé manuellement en utilisant successivement les tamis de 2 mm; 1,6 mm; 1 mm; 0,5 mm; 0,16 mm; et 0,08 mm.

Les fractions les plus grosses rejetées par le tamis de 2 mm sont à nouveau broyées, puis tamisées, jusqu'à obtention de la taille souhaitée.

Les granulats sont séparés en 5 classes : 0,08-0,16 mm ; 0,16-0,5 mm ; 0,5-1 mm ; 1-1,6 mm et 1,6-2 mm.

Un lavage de la fraction la plus fine (0,08 à 0,16 mm) a été réalisé pour éliminer les fines inférieures à 0,08 mm. La fraction la plus fine est ensuite séchée dans une étuve à une température de (110 ± 5) °C jusqu'à obtenir une masse constante.

❖ Reconstitution des sables

A partir des cinq classes granulométriques obtenues, les sables ont été reconstitués conformément à la granulométrie d'un sable normalisé définie par la norme EN 196-1. Les fractions sont mélangées en sacs plastiques d'un contenu de $1350 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$. Les sacs plastiques de $1350 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ de sables sont les produits finaux de la procédure de préparation des sables normalisés.

II.2.7. Granulométrie et absorption d'eau des sables

❖ Granulométrie des sables

Les pourcentages de passants cumulés sont représentés sous la forme d'une courbe granulométrique (Figure II.27).

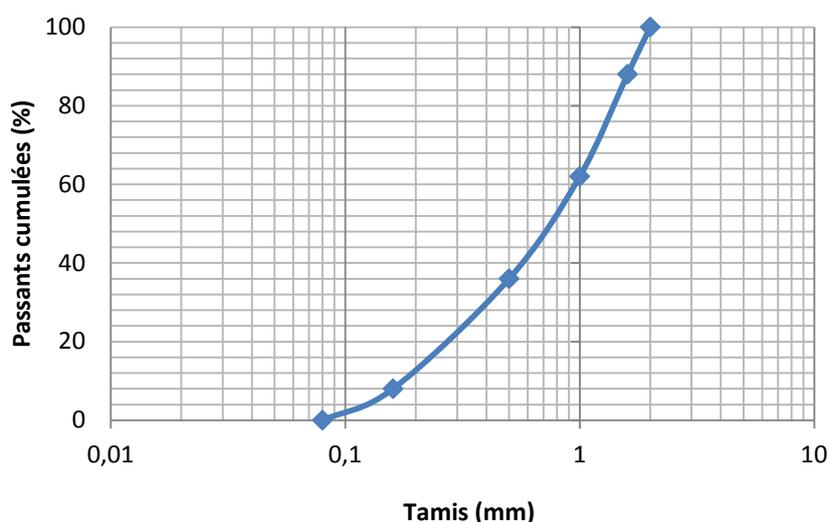


Figure II.27. Courbe granulométrique des sables utilisés.

Les fractions de la granulométrie des sables et la composition granulométrique d'un sac normalisé sont présentées dans le tableau II.9.

Refus sur les tamis	Fraction (%)	Masse pour un sac de 1350 g de sable (g)
1,6-2	12	162
1-1,6	26	351
0,5-1	26	351
0,16-0,5	28	378
0,08-0,16	8	108

Tableau II.9. Composition granulométrique pour un sac de 1350 g de sable.

❖ Mesure du coefficient d'absorption d'eau des sables à 24 heures (WA_{24}) et des masses volumiques des sables

Pour les granulats 0/2, la procédure de détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau est celle de la norme EN 1097-6 (juin 2001) pour les sables

entre 0,063 mm et 4 mm. Cette norme permet de déterminer les caractéristiques physiques des sables suivantes :

La masse volumique réelle déterminée par séchage à l'étuve est exprimée par le rapport entre la masse de l'échantillon séché en étuve et le volume qu'il occupe dans l'eau, y compris les pores fermés et ceux accessibles à l'eau.

La masse volumique absolue est exprimée par le rapport entre la masse de l'échantillon séché en étuve et le volume qu'il occupe dans l'eau, y compris les pores fermés, mais à l'exclusion de ceux accessibles à l'eau.

La masse volumique réelle saturée surface sèche est exprimée par le rapport entre la masse de l'échantillon, y compris la masse de l'eau présente dans les pores accessibles à l'eau, et le volume qu'il occupe dans l'eau, y compris les pores fermés et ceux accessibles à l'eau.

Le coefficient d'absorption d'eau est défini comme le rapport de l'augmentation de la masse d'un échantillon de granulats à sa masse sèche, après passage à l'étuve, du fait de la pénétration de l'eau dans les pores accessibles à l'eau pendant 24 heures.

La procédure indiquée dans la norme EN 1097-6 consiste à étaler la prise d'essai imbibée pour obtenir une couche régulière au fond d'un plateau, puis les granulats sont exposés à un faible courant d'air chaud pour évaporer l'humidité en surface (Figure II.28).



Figure II.28. Séchage de surface des granulats par un courant d'air chaud



Figure II.29. Moule tronconique et cône de granulats

Pour s'assurer que le séchage de surface est atteint, un moule tronconique normalisé est posé sur le fond du plateau (Figure II.29). Il est rempli avec une partie de la prise d'échantillon en cours de séchage qui est tassée légèrement à 25 reprises à l'aide d'un pilon.

Le moule est ensuite soulevé. Si le cône de granulat ne s'effondre pas, il faut poursuivre le séchage et recommencer l'essai jusqu'à ce que le cône s'effondre une fois le moule retiré (Figure II.30c).

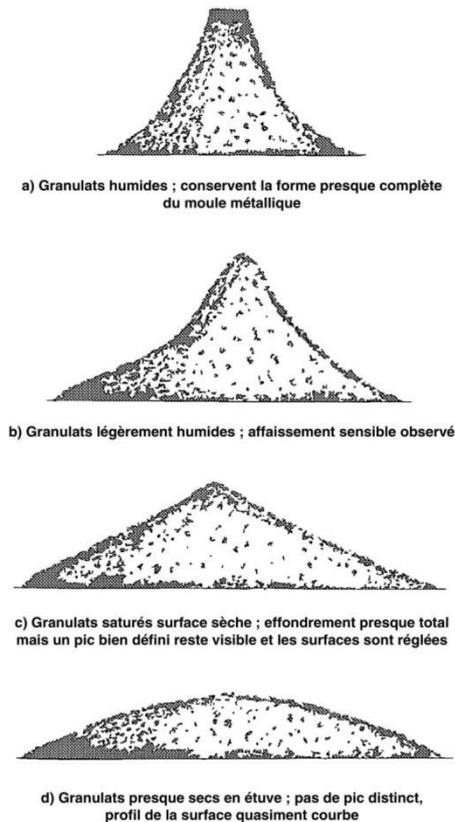


Figure II.30. Etat de surface des granulats en fonction de la forme des cônes de granulat

La détermination des quantités d'eau absorbées par le granulat 0/2 est assez délicate en raison de la difficulté d'éliminer l'eau intergranulaire de la fraction fine.

La connaissance du coefficient d'absorption d'eau d'un granulat permet d'ajuster la teneur en eau de gâchage entrant dans la composition du béton. Les résultats obtenus pour les différents granulats sont présentés dans le tableau II.10.

Pour chaque coefficient d'absorption d'eau, la valeur retenue est la moyenne de trois essais différents.

	CR	CG	CB	BA
Masse volumique absolue (kg/m ³)	2718	2719	2712	3038
Masse volumique réelle par séchage à l'étuve (kg/m ³)	2656	2527	2171	2952
Masse volumique saturée à surface sèche (kg/m ³)	2679	2598	2370	2980
Coefficient d'absorption d'eau WA ₂₄ (%)	0,85	2,79	9,20	0,95

Tableau II.10. Caractéristiques physiques des sables utilisés

- Les valeurs des masses volumiques absolues de sables déterminées par la norme EN 1097-6 sont très proches de celles déterminées au pycnomètre à hélium. Il existe une légère différence entre ces deux méthodes. Dans la norme EN 1097-6, la masse volumique absolue est exprimée par le rapport entre la masse de l'échantillon séché en étuve et le volume qu'il occupe dans l'eau, y compris les pores fermés. La taille des sables est plus importante que celle des poudres utilisées au pycnomètre à hélium. On en déduit qu'avec une même masse de l'échantillon séché, le volume occupé par les grains de sables (y compris les pores fermés mais à l'exclusion de ceux accessibles à l'eau) est plus important que celui des grains pour la mesure au pycnomètre à hélium. Il en résulte que la masse volumique absolue du sable déterminée par la norme EN 1097-6 est légèrement inférieure que celle mesurée au pycnomètre à hélium.
- Les masses volumiques apparentes des sables déterminées par la norme EN 1097-6 sont légèrement supérieures à celles des roches correspondantes déterminées par la norme EN 1936. En fait, avec une même masse de l'échantillon séché, le volume occupé par les grains de sables est inférieur à celui de la roche correspondante. Une partie de la porosité a disparu lors du concassage des roches. Il en résulte que la masse volumique apparente du sable est légèrement supérieure à celle de la roche correspondante.
- En connaissant les masses volumiques absolue ρ_a et réelle ρ_{rd} du sable, la porosité ouverte $p_{ouverte}$ du sable peut être déduite par la formule suivante :

$$p_{ouverte} = 1 - \frac{\rho_{rd}}{\rho_a}$$

Le tableau II.11 présente les porosités ouvertes des sables et la mise en relation avec les résultats mesurés sur les roches correspondantes.

	CR	CG	CB	BA
Porosité ouverte du sable(%)	2,3	7,1	20,0	2,8
Porosité ouverte de la roche (%)	1,3	4,8	17,2	1,9

Tableau II.11. Porosités ouvertes des sables

Les résultats montrent que la porosité ouverte du sable est supérieure à celle de la roche correspondante. Cela peut être expliqué par la transformation d'une partie des pores fermés en pores ouverts, en diminuant la taille des granulats par concassage des roches.

II.3. Ciment

II.3.1. Ciment utilisé

Le ciment Portland CEM I 52,5 N CE CP2 NF, venant de l'usine de production de Ciment Calcia à Beaucaire (annexe 3), est utilisé dans toutes les formulations de pâte de ciment et de mortier étudiées. Les principales caractéristiques du ciment sont résumées dans le tableau II.12.

Masse volumique (g/cm ³)	Surface spécifique (cm ² /g)	Début de prise (min)	Chaleur à 41h (J/g)	Demande en eau (%)	Caractéristiques des constituants			
					C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
3,14	3900	180	392	29,5	69	11	9	9

Tableau II.12. Caractéristiques du ciment

II.3.2. Compositions des pâtes de ciment

Pour étudier l'influence du rapport E/C sur la résistance mécanique des composites « roche-pâte de ciment », deux rapports E/C=0,4 et 0,55 ont été choisis. Les compositions des pâtes de ciment sont présentées dans le tableau II.13.

Constituants	E/C=0,4	E/C=0,55
Ciment (kg/m ³)	1390	1150
Eau (kg/m ³)	556	632

Tableau II.13. Compositions des pâtes de ciment

II.3.3. Préparation des pâtes de ciment

Les pâtes de ciment sont fabriquées en mélangeant les constituants solides avec de l'eau du réseau public d'Alès. Le malaxeur utilisé et la procédure de malaxage de la pâte de ciment sont conformes à la norme EN 196-1.

II.3.4. Résistance en traction des pâtes de ciment

Les résistances en traction des pâtes de ciment de rapports E/C=0,4 et 0,55 à 28 jours ont été mesurées par l'essai de traction par fendage (Norme NF P 18-408) sur des éprouvettes cylindriques 7x14 cm. Ces résultats sont présentés tableau II.14.

E/C	Résistance en traction (MPa)	Ecart-type (MPa)
0,4	3,8	0,3
0,55	2,4	0,1

Tableau II.14. Résistance en traction par fendage des pâtes de ciment à 28 jours

II.4. Fabrication des composites « roche-pâte de ciment »

A l'échelle mésoscopique, l'adhésion de la liaison « roche-pâte de ciment » est mesurée par des essais de traction et de cisaillement. Deux types de composites ont été utilisés : l'un pour l'essai de traction, l'autre pour l'essai de cisaillement.

II.4.1. Compositions des composites « roche-pâtes de ciment »

Les composites fabriqués pour les essais de traction et de cisaillement ont été choisis afin d'étudier le maximum de paramètres de composition tels que le type de la roche, l'état de surface des roches (brut de sciage/carottage et poli), la teneur en eau des roches (sèche et imbibée) et le rapport E/C.

En raison de leur faible capacité d'absorption d'eau, le calcaire rose et le basalte sont utilisés uniquement à l'état sec.

L'influence de la teneur en eau a été étudiée uniquement sur des roches à l'état brut de sciage/carottage.

Les compositions des composites « roche-pâte de ciment » sont résumées dans les tableaux II.15-16-17-18.

Humidité	Etat de surface	E/C	jours	Nomination
Sèche (S)	Brut de sciage (B)	0,4	7	CR04SB7
			28	CR04SB28
		0,55	7	CR055SB7
			28	CR055SB28
	Poli (P)	0,4	7	CR04SP7
			28	CR04SP28
		0,55	7	CR055SP7
			28	CR055SP28

Tableau II.15. Compositions des composites « calcaire rose-pâtes de ciment »

Humidité	Etat de surface	E/C	jours	Nomination
Sèche (S)	Brut de sciage (B)	0,4	7	BA04SB7
			28	BA04SB28
		0,55	7	BA055SB7
			28	BA055SB28
	Poli (P)	0,4	7	BA04SP7
			28	BA04SP28
		0,55	7	BA055SP7
			28	BA055SP28

Tableau II.16. Compositions des composites « basalte -pâtes de ciment »

Humidité	Etat de surface	E/C	jours	Nomination
Sèche (S)	Brut de sciage (B)	0,4	7	CG04SB7
			28	CG04SB28
		0,55	7	CG055SB7
			28	CG055SB28
	Poli (P)	0,4	7	CG04SP7
			28	CG04SP28
		0,55	7	CG055SP7
			28	CG055SP28
Imbibée (I)	Brut de sciage (B)	0,4	7	CG04IB7
			28	CG04IB28
		0,55	7	CG055IB7
			28	CG055IB28

Tableau II.17. Compositions des composites « calcaire gris-pâtes de ciment »

Humidité	Etat de surface	E/C	jours	Nomination
Sèche (S)	Brut de sciage (B)	0,4	7	CB04SB7
			28	CB04SB28
		0,55	7	CB055SB7
			28	CB055SB28
	Poli (P)	0,4	7	CB04SP7
			28	CB04SP28
		0,55	7	CB055SP7
			28	CB055SP28
Imbibée (I)	Brut de sciage (B)	0,4	7	CB04IB7
			28	CB04IB28
		0,55	7	CB055IB7
			28	CB055IB28

Tableau II.18. Compositions des composites « calcaire beige -pâtes de ciment »

II.4.2. Composite pour l'essai de traction

La mesure de la résistance en traction de l'interface roche-pâte de ciment est évaluée par l'essai de traction directe des échantillons mixtes roche-pâte de ciment. C'est une des méthodes les plus connues pour mesurer l'adhésion entre la roche et la pâte de ciment.

❖ Constitution du composite et du moule

Pour étudier l'adhésion entre la pâte de ciment et la roche, un composite « roche-pâte de ciment » a été conçu. Il se compose d'un cube de roche de 20 mm de côté situé entre deux prismes de pâte de ciment de même section carrée que le cube. Les dimensions du composite sont de 20 x 20 x 100 mm³ (Figure II.31).

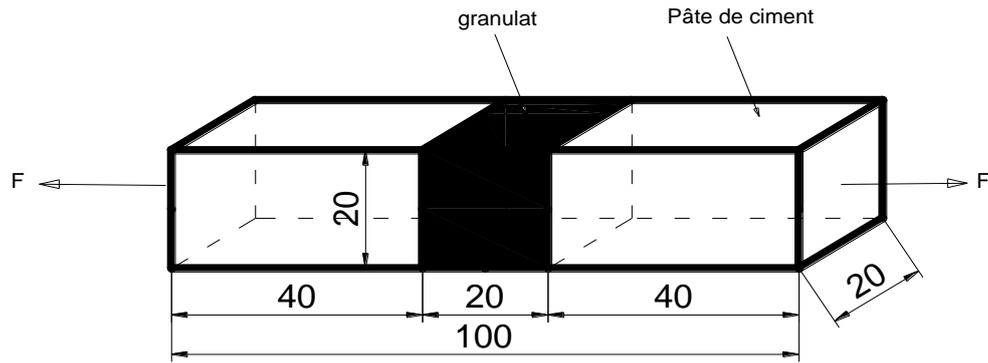


Figure II.31. Constitution du composite « roche-pâte de ciment » pour l'essai de traction (dimension en mm)

Pour effectuer l'essai de traction, il est nécessaire de connecter les deux extrémités de l'échantillon aux dispositifs de traction de la machine d'essai de traction. On a choisi un dispositif « vis-écrou » qui permet de monter et démonter facilement l'échantillon lors de la réalisation de l'essai. Les échantillons sont fabriqués comme indiqué figure II.32 afin de s'assurer que la rupture en traction survienne systématiquement au niveau de l'interface roche-pâte de ciment.

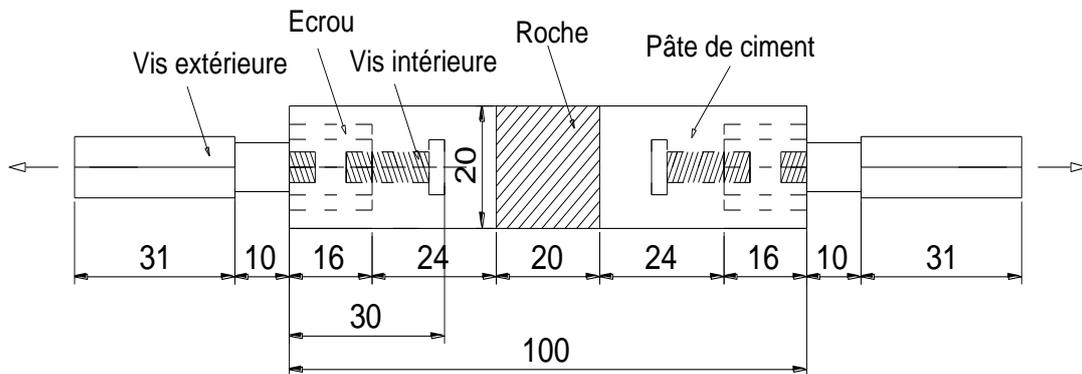


Figure II.32. Echantillon mixte avec des vis intérieures dont la longueur d'insertion est de 30 mm (dimension en mm)

En se basant sur les dimensions des échantillons, le moule a été conçu comme présenté sur la figure II.33. Chaque moule contient 3 compartiments permettant de couler 3 éprouvettes en même temps.

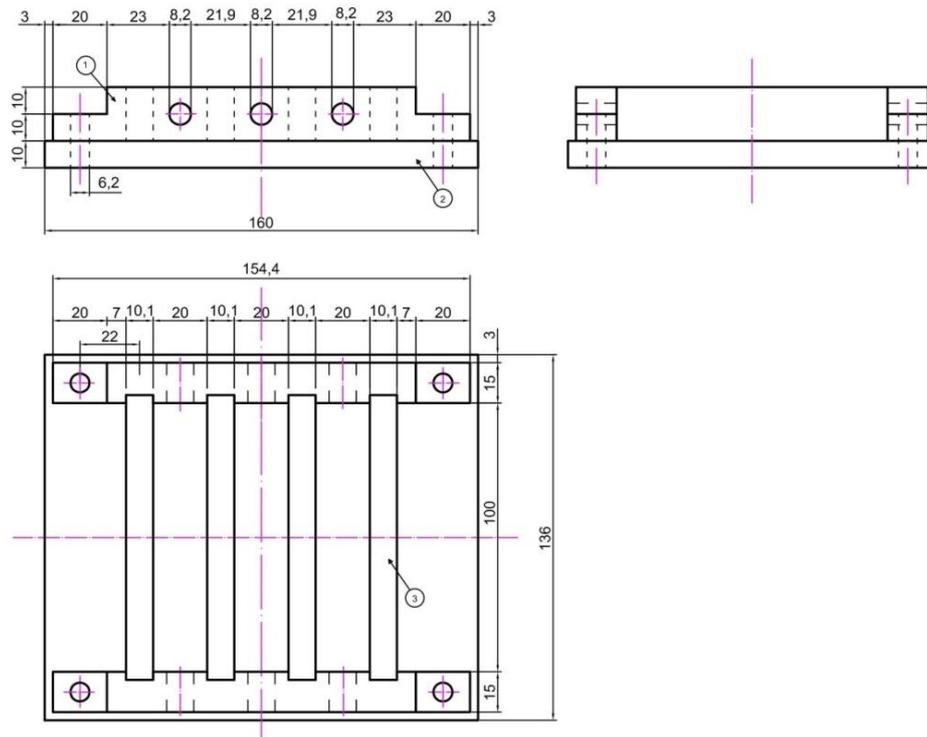


Figure II.33. Plan du moule (dimension en mm)

❖ Préparation des composites

- Le moule est placé sur une table, les écrous (plots de retrait) sont fixés aux parois du moule en serrant les vis extérieures. Ensuite, les vis intérieures sont serrées aux écrous.
- La distance entre la paroi du moule et l'extrémité de la vis intérieure doit être de 30 mm.
- Le cube de roche est placé au centre de chaque compartiment.
- Chaque compartiment est rempli par la pâte fraîche en deux couches quasi égales (d'environ 10 mm d'épaisseur). Chaque couche est compactée légèrement à 20 reprises à l'aide du pilon pour éliminer l'air et rendre la surface de la couche horizontale. L'excès de pâte de ciment est enlevé avec une truelle.
- Le moule est couvert d'une plaque en verre puis mis dans un sac plastique afin de maintenir l'humidité et d'empêcher tout retrait et fissuration à l'interface. Le moule est conservé dans la chambre à béton à la température de 20°C pendant 24 h.
- Après 24 heures, les échantillons sont démoulés. Le démoulage est effectué avec précaution pour éviter tout choc qui pourrait dégrader l'interface roche-pâte de ciment.
- Après le démoulage, les échantillons sont conservés dans un bassin d'eau saturée en chaux dans une chambre de conservation des bétons climatisée à 20°C.

❖ Montage de l'essai

L'essai de traction est effectué sur la machine d'essai de traction ZWICK dont la capacité est de 10 kN et la vitesse de traction de 20 $\mu\text{m}/\text{min}$.

Le mors supérieur de la machine est positionné à une distance de 140mm par rapport au mors inférieur. Cette distance est choisie pour assurer un serrage suffisant entre la vis et les deux mors de la machine.

Les deux vis extérieures sont serrées à deux écrous. L'échantillon est ensuite mis en place après avoir serré les deux vis extérieures à deux écrous (Figure II.34). Pour éviter les forces horizontales dues aux fixations des platines au cours du montage de l'échantillon, les deux platines passives sont fixées, ensuite les deux platines actives sont serrées à la main. Le serrage des platines actives doit assurer la direction verticale de l'échantillon et limiter le glissement relatif entre les platines et les vis lorsque l'on applique la force de traction.

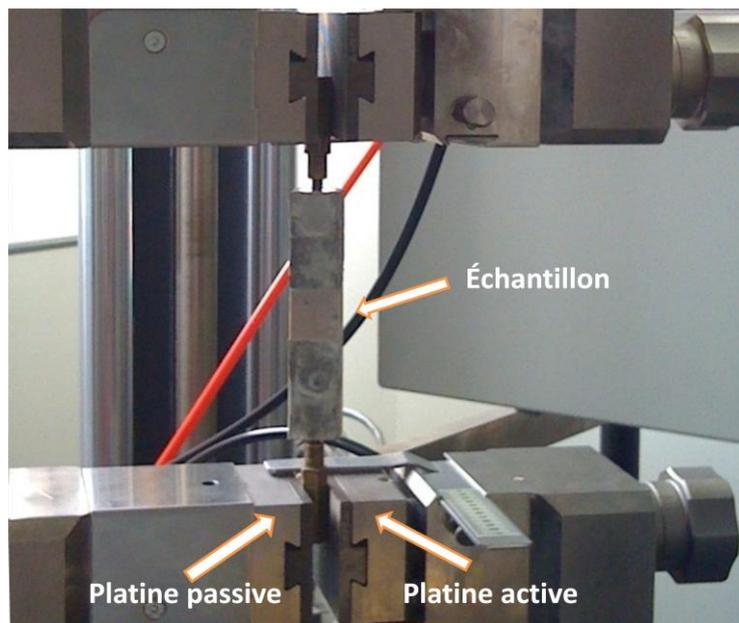


Figure II.34. Montage de l'essai en traction.

❖ Résultats de l'essai

A partir de l'essai de traction, la résistance en traction de l'interphase roche-pâte de ciment est calculée par la formule suivante :

$$\sigma = P_{\max}/S$$

Où : P_{\max} est la force maximale appliquée.

S est la superficie de la surface de contact roche-pâte de ciment.

II.4.3. Composite pour l'essai de cisaillement

La mesure de la résistance au cisaillement de l'interface pâte de ciment-roche est évaluée par l'essai de cisaillement « push-out method » (K.Mitsui 1992; Matthew & Li 1995; Caliskan et al. 2002). Cette technique permet également d'étudier l'influence de la taille des granulats sur l'adhésion pâte de ciment-granulat en variant les dimensions de granulats.

❖ Constitution du composite et du moule

L'échantillon utilisé pour l'essai de cisaillement est composé de deux parties: la matrice de ciment et un noyau cylindrique de granulat (Figure II.35).

La longueur du granulat cylindrique est de 30 mm dont 20 mm sont en contact avec la pâte de ciment.

Le moule pour l'essai de cisaillement est celui qui sert à fabriquer des échantillons cylindriques normalisés en ajoutant une plaque cylindrique mise au fond du moule et un couvercle pour fixer le granulat. Ces dispositifs permettent de maintenir précisément la position verticale du granulat au centre de la pâte de ciment. Les parties, supérieure et inférieure du granulat, sont fixées dans les trous centraux des supports supérieur et inférieur du moule.

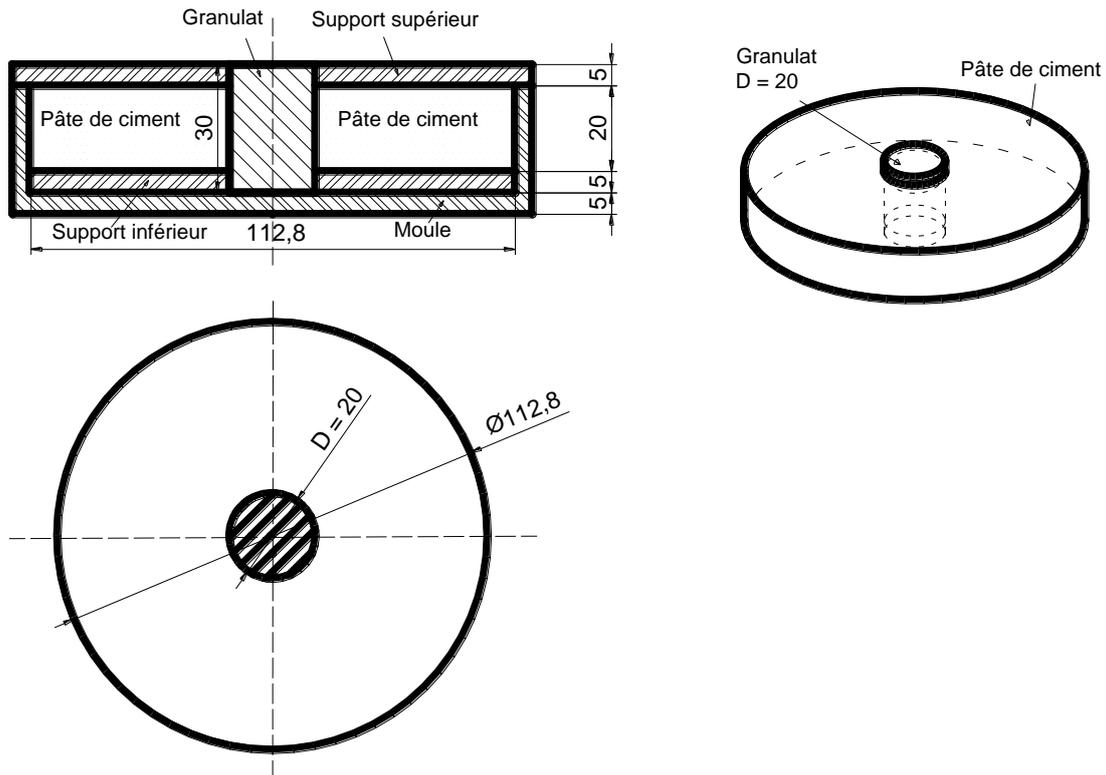


Figure II.35. Constitution du composite « roche-pâte de ciment » pour l'essai de cisaillement (dimension en mm)

❖ Préparation des composites

- Après avoir mis une fine couche de lubrifiant sur la paroi et le fond du moule, la pierre est placée au centre du moule (dans le trou du support inférieur). Le moule est ensuite rempli de pâte de ciment en deux couches quasi égales (d'environ 10 mm d'épaisseur). Chaque couche est compactée légèrement à 20 reprises à l'aide du pilon pour éliminer l'air et rendre la surface de la couche horizontale.
- Le couvercle (le support supérieur) du moule est enfin posé sur la paroi du moule en s'assurant que la pierre soit fixée dans le trou central de celui-ci.
- Le moule est placé dans un sac plastique afin de maintenir l'humidité et d'empêcher tout retrait et fissuration à l'interface.
- Le démoulage et la conservation des composites pour l'essai de cisaillement sont identiques à ceux de l'essai de traction qui ont été présentés dans le paragraphe II.4.2.

❖ Montage de l'essai

L'essai de cisaillement a été effectué sur la machine de compression ZWICK. La mise en place de l'essai de cisaillement est présentée figure II.36. La charge est appliquée uniquement sur la face supérieure du granulat cylindrique, tandis que la matrice de ciment est posée sur le support inférieur du moule, à l'exception d'une zone de 0,1 mm autour du bord du granulat pour que le granulat puisse être poussé sans aucune résistance. La vitesse de déplacement du plateau appliquée est de 20 $\mu\text{m}/\text{min}$.

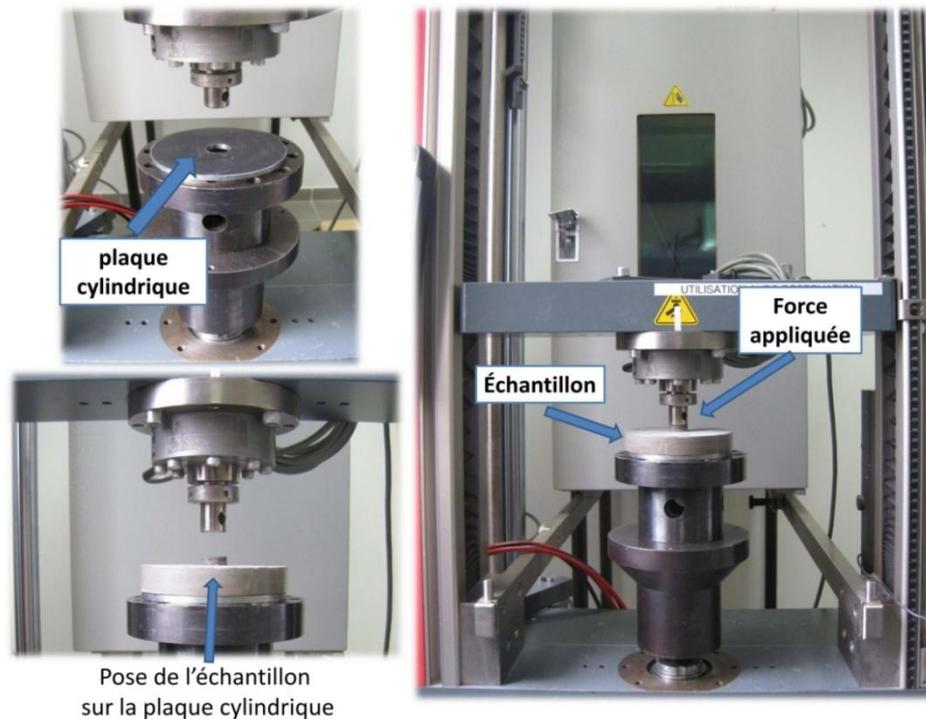


Figure II.36. Montage de l'essai de cisaillement

❖ Résultats de l'essai

A partir de l'essai de cisaillement, la résistance de l'interface est calculée par la formule suivante :

$$\tau = P_{\max} / 2\pi rL$$

Où : P_{\max} est la force maximale appliquée.

r est le rayon du granulat.

L est la longueur du contact granulat-pâte de ciment.

II.5. Fabrication des mortiers

II.5.1. Composition des mortiers

Conformément à la norme EN 196-1, le mortier est composé en masse, d'une partie de ciment, de trois parties de sable normalisé et d'une demie partie d'eau ($E/C=0,5$ et $S/C=3$) (Tableau II.19).

Ciment (g)	Sable (g)	Eau (g)
450±2	1350±2	225±2

Tableau II.19. Composition d'une gâchée du mortier normalisé

Pour étudier l'effet de l'humidité des sables sur les propriétés mécaniques et microstructurales des mortiers, les sables sont utilisés soit à l'état sec soit à l'état sursaturé.

❖ Sables à l'état sec

Avant le malaxage, les sables sont séchés dans une étuve à 110°C pendant 24 heures puis ils sont refroidis à la température du laboratoire.

❖ Sables à l'état sursaturé

Les sables sont immergés dans l'eau pendant 24 heures. Après cette période, ils sont séchés pour atteindre un état proche de l'état saturé-surface sèche suivant la méthode décrite ci-après.

Afin de limiter les variations du rapport E/C lors de la fabrication du mortier dues à l'absorption d'eau des granulats, l'idéal serait d'utiliser les granulats dans l'état saturé surface sèche. Avec des granulats de 0,08 à 2 mm, il est très difficile de sécher les granulats en surface. Nous avons décidé d'immerger les granulats pendant 24 heures et de les égoutter pendant 30 minutes, ensuite de les sécher par un courant d'air chaud pendant 10 minutes afin d'obtenir une teneur en eau superficielle constante. Il reste néanmoins une quantité d'eau superficielle non négligeable après l'égouttage et le séchage qui va être disponible pour l'hydratation du ciment. Elle doit être prise en compte dans le calcul de l'eau de gâchage.

La teneur en eau des sables (par rapport à l'état sec) est déterminée par la relation :

$$W = \frac{M - M_{\text{sec}}}{M_{\text{sec}}} (\%)$$

Où : M_{sec} est la masse des sables à l'état sec.

Les résultats des mesures des teneurs en eau sont présentés dans le tableau II.20.

	CR	CG	CB	BA
Coefficient d'absorption d'eau $WA_{24}(\%)$	0,85	2,79	9,20	0,95
W(%)	4,84	5,52	13,50	5,75

Tableau II.20. Teneur en eau des sables à l'état sursaturé

Pour calculer l'eau introduite dans le malaxeur, on se base sur les définitions suivantes :

E_{eff} : Eau nécessaire pour l'hydratation et l'obtention de la consistance. C'est l'eau interne du béton située entre les grains du squelette solide formé par les granulats, le ciment et les additions.

E_{abs} : Eau absorbée par les granulats. Elle correspond à la capacité d'absorption d'eau des granulats à 24heures (état saturé-surface sèche).

E_{app} : Eau d'apport. C'est l'eau introduite dans le malaxeur.

➤ **Dans le cas de granulats secs :**

$$E_{\text{app}} = E_{\text{eff}} + E_{\text{abs}}$$

➤ **Dans le cas de granulats sursaturés :**

$$E_{\text{app}} = E_{\text{eff}} + E_{\text{abs}} - W \cdot M_{\text{sec}} = E_{\text{eff}} + E_{\text{abs}} - \frac{W}{1+W} * M_{\text{sat}}$$

Où : M_{sec} : Masse du sable à l'état sec,

M_{sat} : Masse du sable à l'état sursaturé,

W : Teneur en eau du sable

La composition des mortiers est donnée aux tableaux II.21-22.

	CR	CG	CB	BA
Ciment (kg/m ³)	513	499	454	545
E _{eff} (kg/m ³)	257	249	227	273
E _{abs} (kg/m ³)	13	42	125	16
E _{app} (kg/m ³)	270	291	353	288
Sable à l'état sec (kg/m ³)	1540	1496	1363	1635
Masse volumique théorique du mortier (kg/m ³)	2323	2285	2170	2469
Volume de la pâte (%)	42	41	37	45

Tableau II.21. Composition des mortiers de granulats à l'état sec

	CR	CG	CB	BA
Ciment (kg/m ³)	513	499	454	545
E _{eff} (kg/m ³)	257	249	227	273
E _{abs} (kg/m ³)	13	42	125	16
E _{app} (kg/m ³)	196	209	169	194
Sable à l'état sursaturé (kg/m ³)	1615	1578	1547	1729
Masse volumique théorique du mortier (kg/m ³)	2323	2285	2170	2469
Volume de la pâte (%)	42	41	37	45

Tableau II.22. Composition des mortiers de granulats à l'état sursaturé

II.5.2. Malaxage du mortier

Le mortier est malaxé pendant 4 minutes conformément aux prescriptions de la Norme EN 196-1. Ces opérations de malaxage sont récapitulées dans le tableau II.23.

Opération	Introduction de l'eau	Introduction du ciment		Introduction du sable		Raclage de la cuve		
Durée			30s	30s	30s	15s	1min 15s	60s
Etat du malaxeur	Arrêt		Vitesse lente		Vitesse rapide	Arrêt		Vitesse rapide

Tableau II.23. Opérations de malaxage du mortier (EN 196-1)

II.5.3. Moulage et conservation des éprouvettes

La mise en place du mortier dans des moules prismatiques $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ est réalisée conformément à la norme EN 196-1.

Le moule et sa rehausse sont fermement fixés à la table à chocs, les compartiments de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ sont remplis par le mortier frais en deux couches quasi égales. Après chaque remplissage, le moule est soumis à 60 chocs.

Le démoulage et la conservation des mortiers sont identiques à ceux des composites qui ont été présentés dans la partie II.3.2.

II.5.4. Essais mécaniques réalisés sur les éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$

Pour estimer la résistance en flexion des mortiers, des essais de flexion trois points sur les éprouvettes prismatiques $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ ont été effectués. Les deux parties de l'éprouvette sont ensuite testées en compression. Les valeurs de résistance en compression présentées sont les valeurs moyennes obtenues sur 6 résultats d'essais.

II.6. Caractérisation microstructurale des faciès de rupture par microscope optique

Dans notre travail, le microscope optique a été utilisé pour observer la microstructure des faciès de rupture suite aux essais de traction/cisaillement des composites et de compression des mortiers. Ces observations permettent de distinguer les zones cassées au niveau de l'interphase « granulats-pâte de ciment » et celles cassées au niveau des granulats.

Un microscope optique de type Leica Wild M10 permettant d'observer des échantillons avec un grossissement qui varie de 8 à 80 a été utilisé. L'avantage du microscope optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre d'observer de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation à fort grossissement. Le microscope électronique à balayage (MEB) est alors mieux adapté.

II.7. Caractérisation microstructurale des sections polies par le MEB

Ce paragraphe décrit la technique de caractérisation microstructurale des pâtes de ciment et de la zone d'interphase granulats-pâtes de ciment dans les mortiers par le MEB.

Nous présentons d'abord le principe de la mesure et le MEB à proprement parlé, la préparation des sections polies ainsi que le protocole d'observation et d'analyse chimique des échantillons au MEB.

La deuxième partie est consacrée à la méthode et au protocole d'analyse d'images.

II.7.1. Principe du microscope électronique à balayage (MEB)

Le fonctionnement du MEB est basé sur l'analyse des interactions électrons-matière soumis à un bombardement d'électrons.

Le bombardement d'électrons focalisé sur un échantillon va affecter un volume appelé "poire d'interaction". Dans cette poire d'interaction, les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreux phénomènes physiques comme la production d'électrons rétrodiffusés, d'électrons secondaires ou de rayons X.

Electrons rétrodiffusés : il s'agit des électrons du faisceau incident déviés par interactions élastiques, et ressortant du matériau avec la même énergie. L'émission de ces électrons est sensible au numéro atomique des éléments chimiques présents dans l'échantillon. La quantité d'électrons rétrodiffusés ressortant de l'échantillon dépend de la nature chimique des couches traversées. Le taux d'émission électronique augmente avec le numéro atomique.

Ils nous renseignent sur les différentes phases de l'échantillon en contraste de numéro atomique.

Electrons secondaires : il s'agit d'électrons éjectés des atomes du matériau par le faisceau incident, ils sont de faible énergie (inférieure à 50 év). Leur émission est très sensible au relief de l'échantillon. Ils nous renseignent sur la topographie de l'échantillon.

Rayonnement X : lorsqu'un électron est éjecté du matériau (électron secondaire) l'atome va retrouver sa stabilité par des transitions électroniques. Ce faisant il rend de l'énergie au système, sous forme d'un rayonnement électromagnétique, le rayonnement X. Ce rayonnement est caractéristique des atomes où il a pris naissance. Il nous renseigne sur la composition chimique élémentaire de l'échantillon.

Les différentes informations issues de l'interaction électron-matière sont présentées figure II.37.

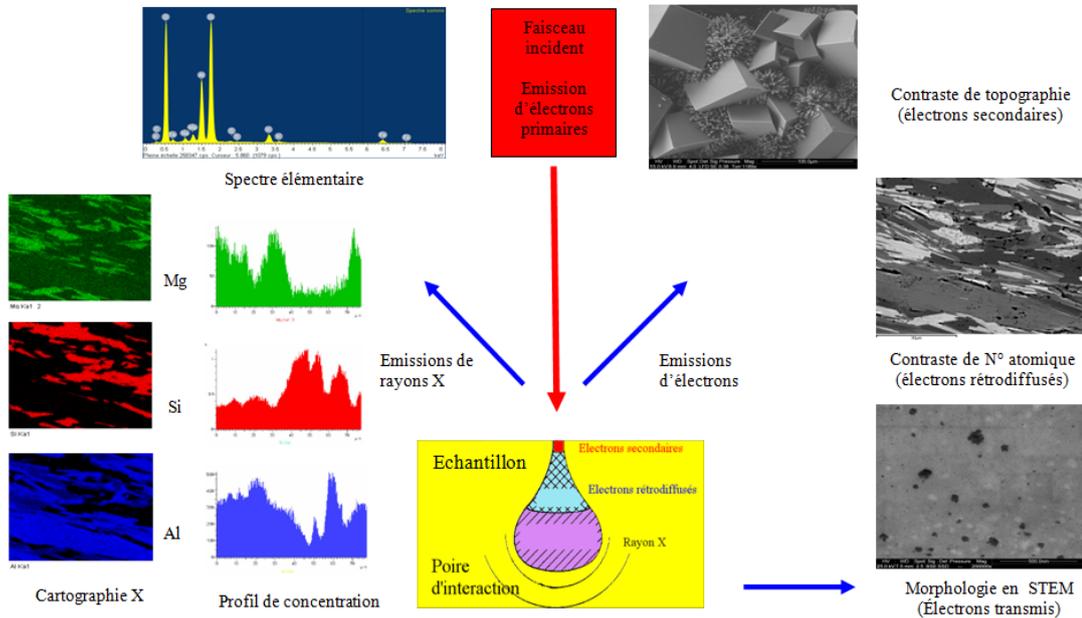


Figure II.37. Différentes informations issues de l'interaction électron-matière

II.7.2. Le microscope électronique à balayage Quanta 200 Feg

Le microscope électronique à balayage Quanta 200 Feg a été utilisé au cours de ce travail. C'est un MEB créé par FEI COMPANY (Figure II.38).



Figure II.38. Microscope électronique à balayage environnemental de l'École des Mines d'Alès

La figure II.39 présente la constitution principale du MEB Quanta 200 Feg. Il se compose :

D'une colonne électronique comprenant:

- Un canon à électrons pour produire un faisceau.
- Des lentilles électromagnétiques pour focaliser le faisceau.
- Une bobine de balayage pour balayer la surface à observer.
- Un système de vide différentiel pour optimiser le vide aux différents niveaux de la colonne.
- Un système électronique et informatique pour gérer l'information.

D'un ensemble de détection comprenant:

- Des détecteurs d'électrons secondaires pour les différents modes de vide.
- Des détecteurs d'électrons rétrodiffusés.
- Un détecteur de rayonnement X à dispersion en énergie (EDS-Energy Dispersive X-ray Spectrometry).
- Une caméra infrarouge pour visualiser l'intérieur de la chambre.

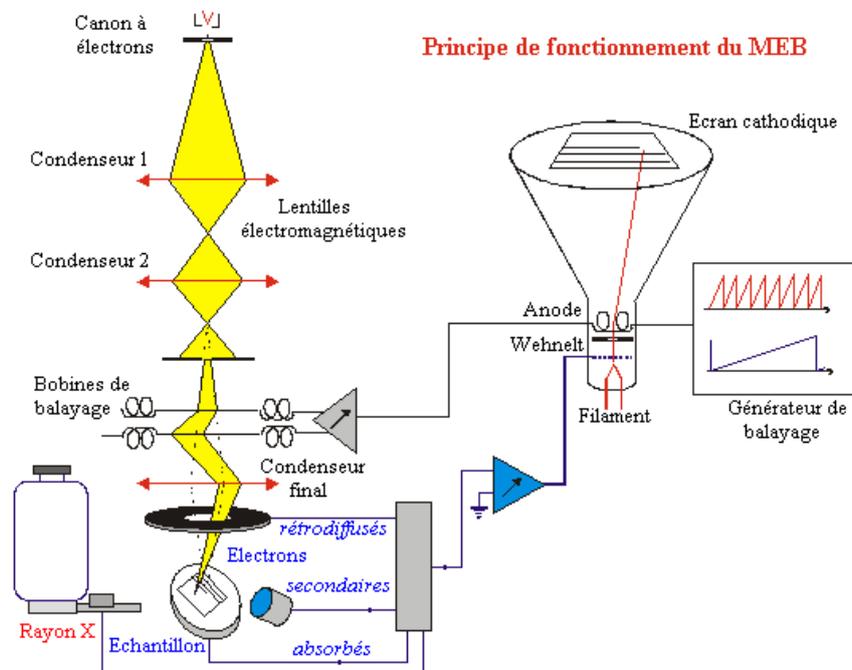


Figure II.39. Constitution principale du MEB Quanta 200 Feg

II.7.3. Préparation des sections polies

❖ Prélèvement des échantillons

Afin d'introduire l'échantillon dans la chambre du MEB, les dimensions de l'échantillon doivent être relativement modestes, de l'ordre de 1 à 2 cm maximum. On a choisi des échantillons de $1 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$ qui sont prélevés dans les éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ par sciage à l'eau. Le prélèvement se fait au centre de l'éprouvette $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$.

❖ Séchage des échantillons à basse température

Après avoir découpé les échantillons et lavé leurs surfaces avec de l'alcool, ces échantillons sont séchés dans une étuve à 55°C pendant une semaine pour éliminer l'eau libre. L'enlèvement de l'eau est nécessaire afin d'éviter de mélanger l'eau et la résine époxy (Stutzman & Clifton 1999; Hemavibool 2007). Le séchage à cette température ne fait pas apparaître de fissuration. L'échantillon atteint une masse sèche constante après un séchage de 7 jours, ce qui indique que la plupart de l'eau libre s'est évaporée.

❖ Imprégnation de la résine époxy

L'objectif de l'imprégnation de la résine époxy est de :

- remplir les vides et soutenir la microstructure contre tout retrait et actions artificielles pendant la préparation des échantillons qui entraîneraient la fissuration de l'échantillon,
- améliorer le contraste entre les pores, les produits d'hydratation et les anhydres dans les matériaux cimentaires (Bentz & Stutzmanl 1994; Stutzman & Clifton 1999; Kjellsen et al. 2003).

Après séchage, les échantillons sont placés dans des moules cylindriques en plastique de 4 cm de diamètre et de 2 cm de hauteur, puis ces moules sont remplis de résine époxy en laissant la surface supérieure exposée à l'air, permettant à la résine époxy d'entrer dans la microstructure par capillarité.

La résine époxy utilisée est celle de GeoFix. Il s'agit d'une résine d'enrobage à faible viscosité dont le temps de prise est relativement long (24 heures à 20°C).

Les quantités des deux composants de la résine époxy (un durcisseur et une résine) sont mesurées avec soin (rapport durcisseur /résine en volume=1/3). Ces composants sont

mélangés soigneusement et versés sur l'échantillon. Les composants de résine époxy polymérisent par des réactions chimiques après avoir été mélangés dans les proportions correctes. Une fois durcie, la résine époxy n'est pas affectée par une chaleur modérée.

Pour accélérer l'infiltration de la résine dans le système de pores, les échantillons sont placés dans une chambre sous vide pour éliminer l'air piégé dans la résine.

Afin d'accélérer le durcissement de la résine époxy, les échantillons sont ensuite placés dans une étuve à 50°C pendant 48 heures.

❖ **Polissage de l'échantillon**

Une fois la résine sèche, les échantillons sont démoulés et ils sont prêts pour le polissage. Cette étape se divise en deux parties : le polissage grossier et le polissage fin.

• **Polissage grossier de l'échantillon**

Le polissage grossier fait disparaître la rugosité de surface de l'échantillon. L'objectif est d'obtenir une surface plane avec un minimum de défaut superficiel. La surface à analyser est polie au moyen de papiers abrasifs carbure de silicium SiC de finesse croissante (Grit 80, Grit 220 ; Grit 600 et Grit 1200, respectivement 201, 68, 25.8 ± 1 et 10.3 ± 0.8 en μm) jusqu'à avoir bien enlevé la couche de résine et obtenu une section parfaitement plane.

Le polissage est effectué automatiquement à l'aide d'une polisseuse, à 80 tours/minute, en appliquant une charge de 15 N, avec des papiers abrasifs de granulométries successives 80, 220, 600 et 1200, 3 minutes à chaque fois.

Toutes les étapes de polissage grossier se font avec un lubrifiant à base d'alcool qui assure simultanément le transport des copeaux et le refroidissement de l'échantillon.

• **Polissage fin de l'échantillon**

L'objectif du polissage fin est d'obtenir une surface de l'échantillon lisse et brillante, sans rayure ni déformation à l'aide de particules abrasives de plus en plus fines. Il s'agit de pâtes diamantées de finesse 6 ; 3 ; 1 et 0,25 μm . Les étapes du polissage fin sont les suivantes :

Polissage à 6 μm (pâte diamantée), 80 tours/minute, 10 N, pendant 30 minutes (deux fois 15 minutes), sur disque tissé. Pour enlever les résidus de pâte diamantée, un nettoyage à l'éthanol est nécessaire.

Polissage à 3, 1 et $\frac{1}{4}$ μm (sprays diamantés), 80 tours/minute, 10 N, pendant 30 minutes à chaque fois, sur disques feutrés. Le nettoyage final est effectué avec un papier doux (type nettoyage d'objectif).

❖ **Métallisation par évaporation du carbone**

Afin de rendre conducteurs les échantillons, il est nécessaire de les recouvrir d'une couche fine de carbone ou de métal (Bentz & Stutzmanl 1994 ; Mellas & Mezghiche 2003). Cela s'appelle la métallisation.

L'échantillon est métallisé afin que sa surface soit conductrice pour permettre l'écoulement des électrons en excès. Cela évite l'accumulation de champs électriques et statiques dans l'échantillon ce qui perturbe la qualité de l'image.

L'évaporation de carbone a été utilisée pour métalliser les échantillons. Cette méthode consiste à évaporer du carbone (dégazage de C) d'un filament chauffé dans un vide poussé. Les atomes de carbone vont se déposer sur l'échantillon, comme dans un brouillard.

❖ **Mise en liaison conductrice**

Enfin, pour assurer des liaisons conductrices entre la surface d'observation de l'échantillon et le support de la chambre de MEB, il est nécessaire de faire un pontage avec de la laque d'argent qui connecte les deux surfaces en haut et en bas de l'échantillon (Figure II.40).

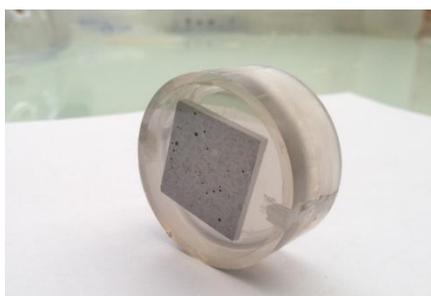


Figure II.40. Mise en liaison conductrice par de la laque d'argent

Les laques d'argent sont des suspensions de feuillets d'argent d'une dimension de l'ordre de 10 μm , dans un solvant, une résine ou un colloïde, qui, en séchant, "colle" l'échantillon. Elles permettent également de faire des liaisons conductrices entre la surface de l'échantillon métallisé et le support. Il est conseillé de toujours bien attendre le séchage complet, avant de

mettre sous vide, au risque de voir se former des bulles de laque. Elles peuvent introduire un signal X parasite de l'Ag lors de la microanalyse X.

II.7.4. Observation et analyse chimique des échantillons au MEB

❖ Installation de l'échantillon dans la chambre du MEB

La chambre du MEB est mise au mode haut-vide.

L'axe du faisceau d'électrons primaires et l'axe du système de microanalyse convergent sur l'échantillon à la distance de travail de 10 mm. La distance de travail de 10 mm est également la distance analytique.

❖ Mettre la tension d'accélération

Une tension d'accélération des électrons appropriée doit être choisie en fonction de la composition de l'échantillon. Avec les MEB les plus modernes, il est possible de choisir une tension de 0,2 kV à 30 kV. Une tension plus élevée assure un contraste plus fort, il peut conduire à augmenter la charge de surface et par conséquent la détérioration de la qualité de l'image. En général, une tension de 15 à 20 kV est adaptée pour des échantillons de matériaux cimentaires ordinaires (Sarkar et al. 2001).

Pour une observation optimale par l'analyse des électrons secondaires et rétrodiffusés, nous utilisons une tension de 15 kV.

❖ Acquisition de l'image MEB

La vitesse de balayage du faisceau détermine directement le rapport signal sur bruit de l'image. Pour les réglages et l'observation on utilise une vitesse rapide (1-10 images/seconde), alors que pour la capture de l'image archivée, on choisit une vitesse lente (1-2 images/minute). Pour faciliter la mesure automatique des phases, les images sont prises après avoir fait une rotation pour que le granulat soit sur la partie gauche de l'image.

Le contraste et la brillance sont réglés et fixés pour l'ensemble des images. Cela assure des conditions identiques pour l'analyse des phases.

Pour obtenir des images nettes et un courant du faisceau optimal pour l'analyse des rayons X, nous avons choisi une taille de spot de 5 et un objectif de 3 à 5.

L'image doit contenir les informations de capture comme la taille de spot, le grandissement, l'énergie primaire, la distance de travail, le détecteur utilisé, le mode d'acquisition, l'appareil, la date, etc.

Le MEB est utilisé en mode d'imagerie « diffraction d'électrons rétrodiffusés » (BSE) pour étudier des surfaces polies. Ce mode d'observation permet d'obtenir un meilleur contraste entre les phases différentes dans les matériaux cimentaires en fonction des compositions chimiques.

❖ **Acquisition du spectre élémentaire et de la cartographie X pour l'analyse chimique**

Le système de détection EDS permet d'obtenir des images élémentaires pour une même zone d'images BSE. Il est possible de combiner les éléments entre eux de manière à discriminer des minéraux par différenciation de teintes pour une image élémentaire. Ces différentes teintes reflètent les différences de concentration massique de l'élément dans les grains de la zone. Les détecteurs de l'énergie permettent de déterminer les compositions chimiques dans la zone excitée par le faisceau d'électrons.

Pour les matériaux que l'on utilise, les éléments collectés sont Ca, Si, Al, S, K, Fe et Mg.

II.7.5. Technique d'analyse d'images

❖ **Principe d'analyse des phases**

Les images BSE présentent les numéros atomiques moyens des éléments chimiques sous forme de teintes de gris et les zones contenant des atomes légers apparaissent en plus sombres. Cela nous permet de distinguer les phases différentes de l'échantillon par contraste des niveaux de gris.

Sur une image BSE de matériaux cimentaires, les grains de ciment anhydre sont les plus brillants, les hydrates sont plus foncés et les pores sont noirs (Figure II.41).

Grâce à ces contrastes, nous pouvons déterminer les zones représentant les pores (zones les plus noires), les anhydres (zones les plus claires), et les hydrates. Les images sont segmentées en fonction des niveaux de gris de différentes phases.

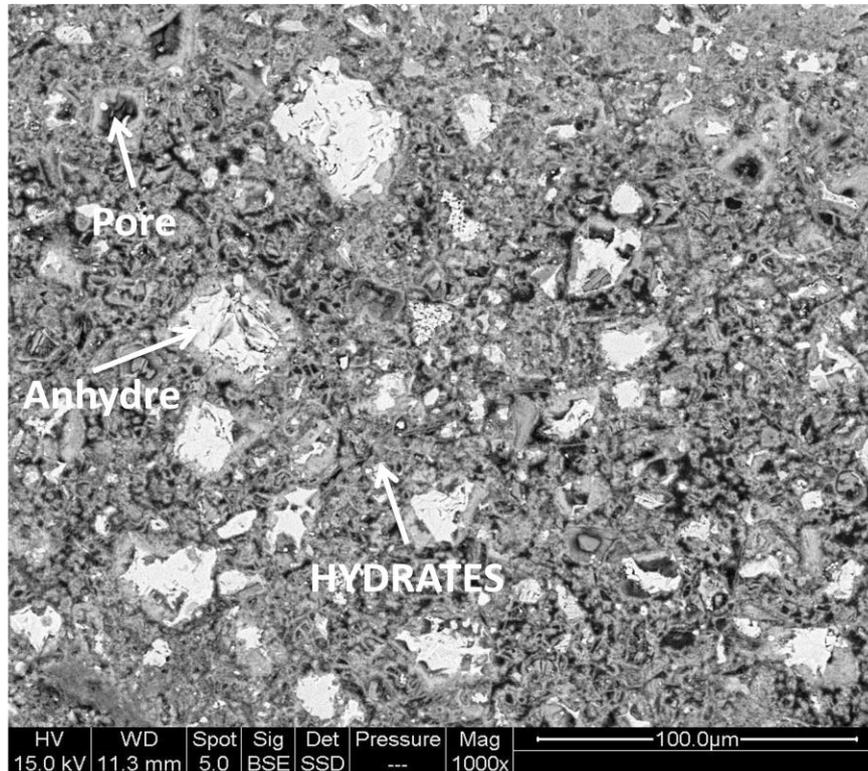


Figure II.41. Image BSE d'une pâte de ciment (E/C=0,5) à 7 jours

Les images rétrodiffusées BSE ont été collectées pour analyser les phases. Pour faciliter la mesure automatique des phases, les images sont prises après avoir fait une rotation pour que le granulats soit sur la partie gauche de l'image.

La quantification et la répartition des phases dans la zone d'interphase des mortiers se divisent en 4 étapes :

- Choix du grossissement et de la résolution d'images.
- Détermination de la zone d'interphase.
- Segmentation des phases par seuillage (en fonction des niveaux de gris).
- Quantification et répartition des phases dans la zone d'interphase.

❖ **Choix du grossissement et de la résolution d'images**

Un grossissement élevé donne une bonne résolution, mais le nombre d'images à prendre et le temps d'analyse seront d'autant plus importants. Inversement, un petit grossissement permet de diminuer le nombre d'images à analyser mais réduit les détails de la structure. Il est donc nécessaire d'optimiser le grossissement en fonction de la taille des éléments que l'on souhaite analyser. Les images ont été prises à la taille de $273 \times 251 \mu\text{m}^2$ (Figure II.42) dont la résolution appliquée est de 1024×943 pixels. Cela correspond à une résolution de $0,27 \mu\text{m}$ par pixel permettant de détecter la taille minimale des éléments de $0,07 \mu\text{m}^2$.

30 images rétrodiffusées BSE ont été collectées par échantillon pour analyser les phases.

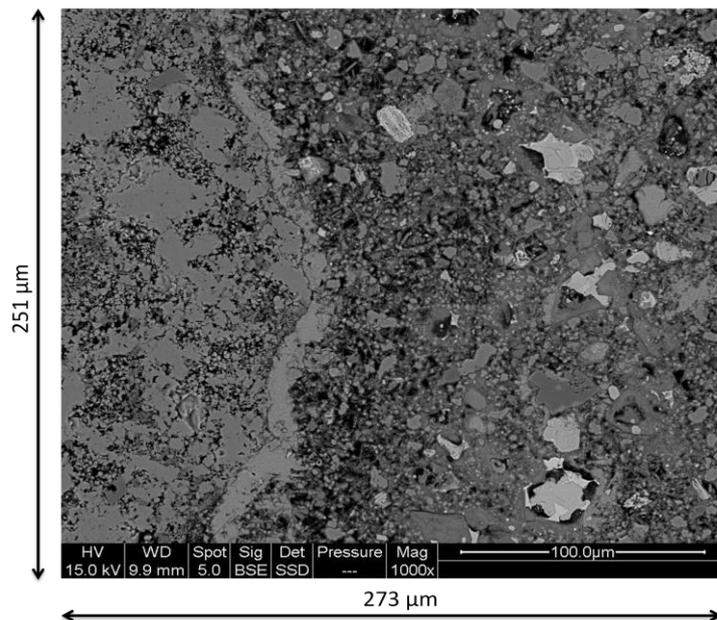


Figure II.42. Image MEB à 1000x en mode rétrodiffusé (BSE) (mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours)

❖ **Détermination de la zone d'interphase**

Avant de segmenter les phases dans la zone d'interphase, il faut déterminer la limite de cette zone. La zone d'interphase est définie comme une zone à proximité des granulats dont l'épaisseur est d'environ 20 à $100 \mu\text{m}$ et dont la forme est caractérisée par son épaisseur et la surface de contact granulat-pâte de ciment.

❖ Épaisseur de la zone d'interphase

L'épaisseur de la zone d'interphase granulat-pâte de ciment dans les bétons et les mortiers ordinaires est environ de 20 à 100 μm (Alexander 1996; Ke et al. 2010). C'est pourquoi, il a été décidé d'analyser les phases dans une zone de 100 μm d'épaisseur.

❖ Surface de contact granulat-pâte de ciment

La surface de contact granulat-pâte de ciment se présente sur l'image BSE de MEB sous forme d'une ligne d'interface. Un bon contraste entre le granulat et la pâte de ciment est nécessaire pour détecter automatiquement cette ligne. Dans notre cas, les matériaux à base de calcaire donnent un mauvais contraste avec la pâte de ciment. La distinction du contact granulat-pâte de ciment devient très compliquée. C'est pourquoi, ce travail a été effectué manuellement à l'aide des outils d'un logiciel de traitement d'images (GIMP2).

Le calque avec la ligne d'interface de l'image de base (l'image BSE de MEB) a été créé grâce au logiciel GIMP2. Cette image binaire « noir-blanc » sert à identifier la zone d'intérêt dans l'image de base (Figure II.43).

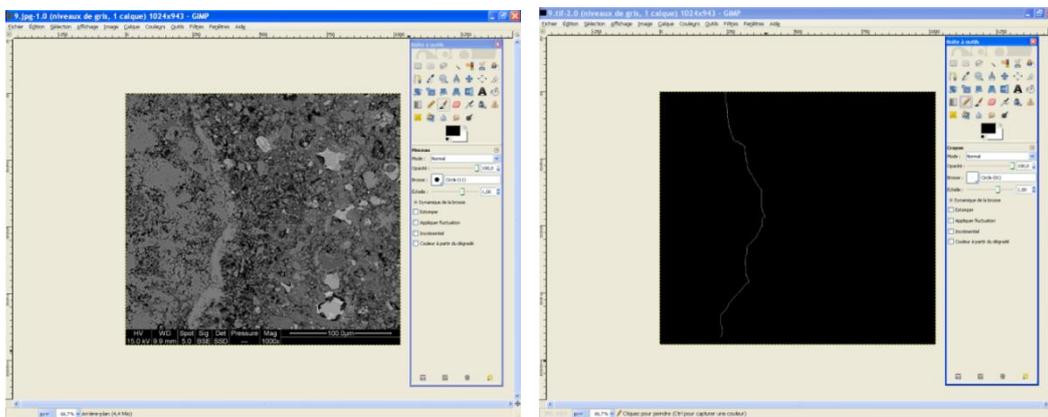


Figure II.43. Image de base dans GIMP2 (à gauche); Calque avec la ligne d'interface (à droite)

❖ Séparation de la zone d'interphase

Afin de quantifier les phases dans la zone d'interphase, il est nécessaire de séparer cette zone du reste de l'image de base. L'idée est de créer un masque dont la taille est identique à celle de l'interphase. Ce masque est créé au moyen du décalage de la ligne d'interface jusqu'à la limite de la zone d'interphase. Il est ensuite remplacé par la partie correspondante

de l'image de base (Figure II.44). Le programme Matlab permettant de prélever la zone d'interphase d'une image BSE est présenté en détail dans l'annexe 4.

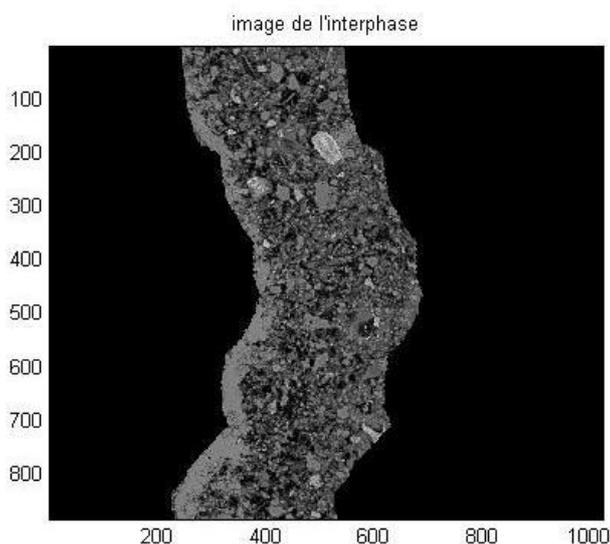


Figure II.44. Image de l'interphase

❖ **Segmentation des phases par seuillage (en fonction des niveaux de gris)**

En se basant sur le contraste de différentes phases dans la zone d'interphase, l'image de l'interphase se divise en 3 phases en fonction du niveau de gris. La segmentation des phases est effectuée par seuillage. Ce dernier permet d'isoler une phase sélectionnée du reste de l'image. Il existe des méthodes permettant de déterminer des seuils sur l'histogramme d'une image. Ces méthodes se basent sur les pics des phases (Brough & Atkinson 2000; Scrivener 2004; Hemavibool 2007). Néanmoins, la délimitation des phases est très compliquée car elle dépend de la qualité d'image du niveau de contraste et de la quantité des phases. En plus, il est difficile de localiser automatiquement la limite entre les pores et les hydrates car les pores ne présentent aucun pic sur l'histogramme.

Dans tous les cas, la connaissance des positions de différents pics nous permet de limiter le seuil dans un intervalle strict. Nous proposons de déterminer manuellement les seuils en connaissant les intervalles où ils se trouvent. Ce travail se divise en 3 étapes :

- ✓ **Premièrement**, les seuils sont définis de la façon suivante :

La phase la plus sombre correspond à la porosité. Son niveau de gris varie de la valeur minimale à s_1 (Figure II.45).

La phase la plus brillante correspond aux grains anhydres. Son niveau de gris varie de $s2+1$ à 255.

La phase intermédiaire correspond aux hydrates. Leurs niveaux de gris varient de $s1+1$ à $s2$.

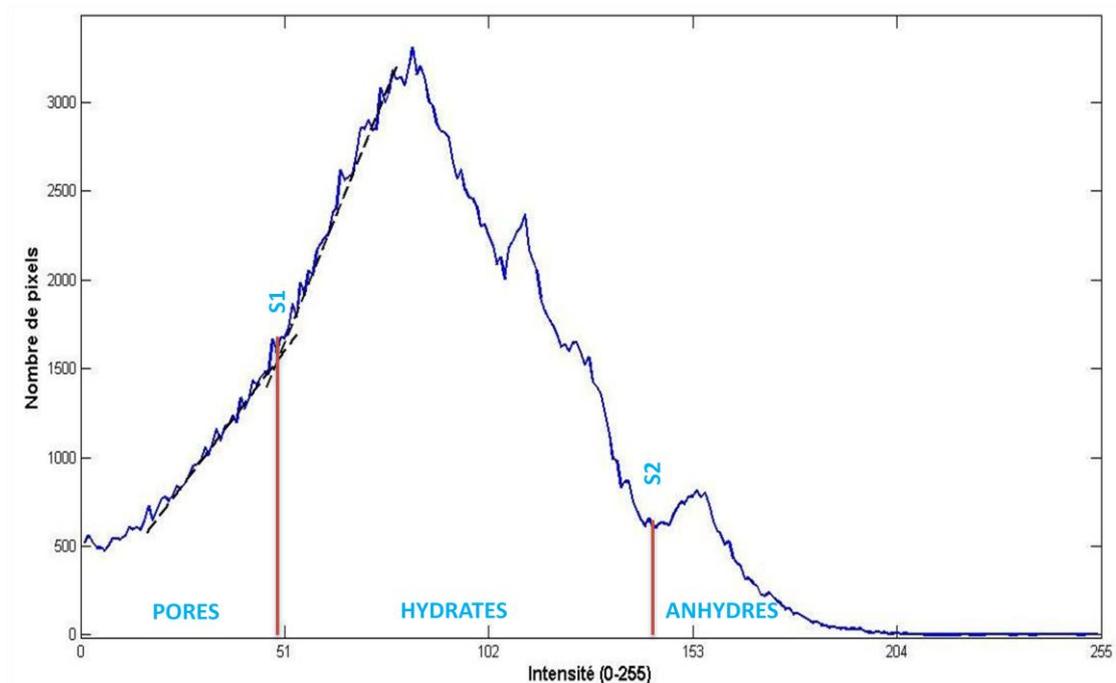


Figure II.45. Seuillage sur l'histogramme de la zone d'interphase

- ✓ **Deuxièmement**, lorsque les seuils ont été déterminés, la segmentation des phases est programmée sous le logiciel de Matlab. Les images de phases sont affichées parallèlement à l'image de base (Figure II.46).
- ✓ **Enfin**, une comparaison visuelle sur la compatibilité entre les images de phases et l'image de base est effectuée afin de valider les seuils choisis. Les zones spécifiques (les plus brillantes et les plus sombres) sont grossies pour faciliter la comparaison de la compatibilité (Figure II.47-Figure II.48). S'il existe une sous-estimation ou une surestimation des phases dans les zones spécifiques, les seuils sont décalés jusqu'à ce que les images de phases présentent une bonne compatibilité avec l'image de base. Ces valeurs sont validées et enregistrées dans un fichier de Matlab (phases.mat) qui collecte les seuils de l'ensemble d'images analysées.

Le programme Matlab permettant de segmenter la zone d'interphase d'une image BSE est présenté en détail dans l'annexe 5.

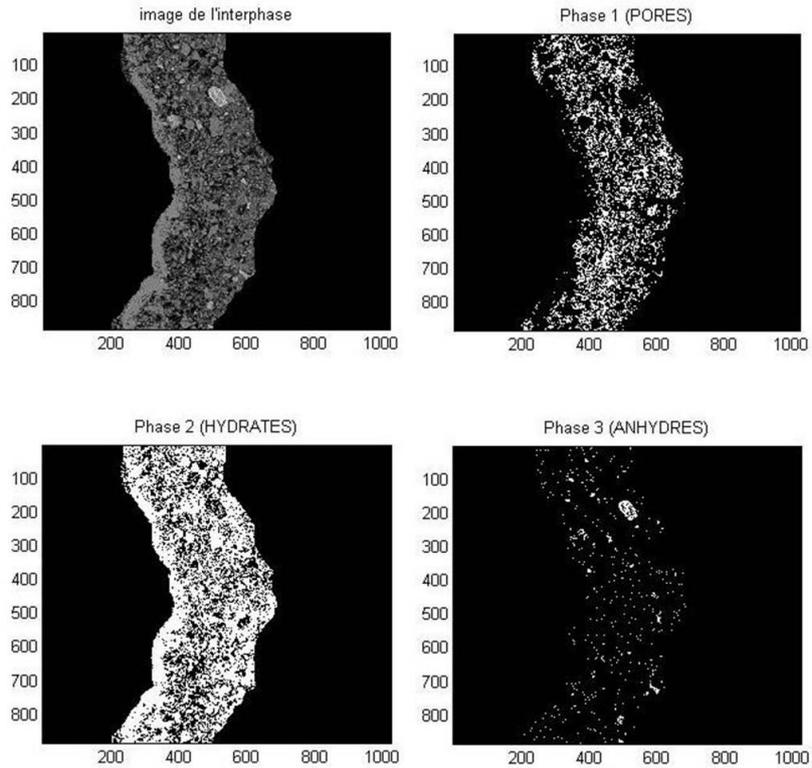


Figure II.46. Images des phases dans l'interphase

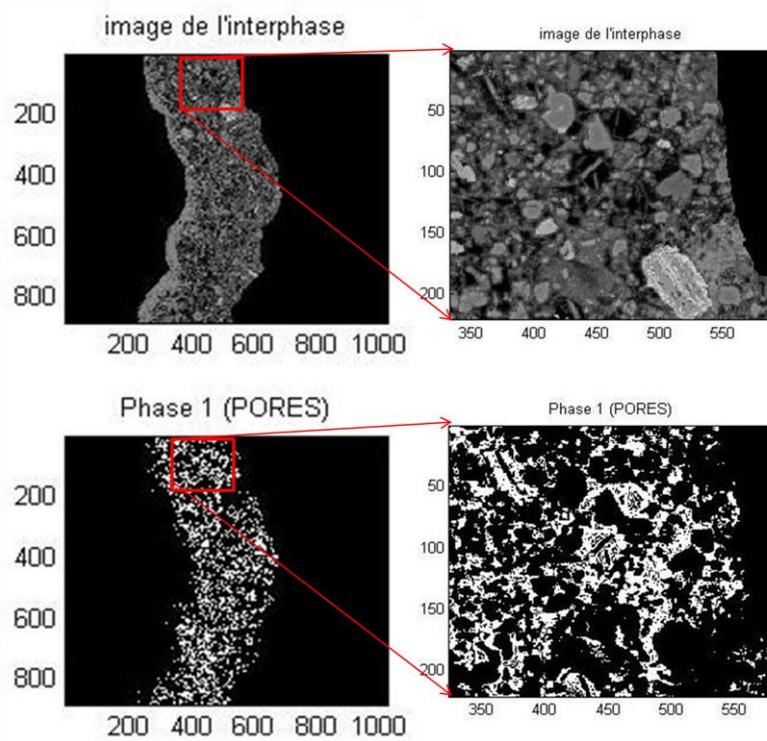


Figure II.47. Comparaison des zones spécifiques entre l'image de l'interphase et l'image binaire des pores

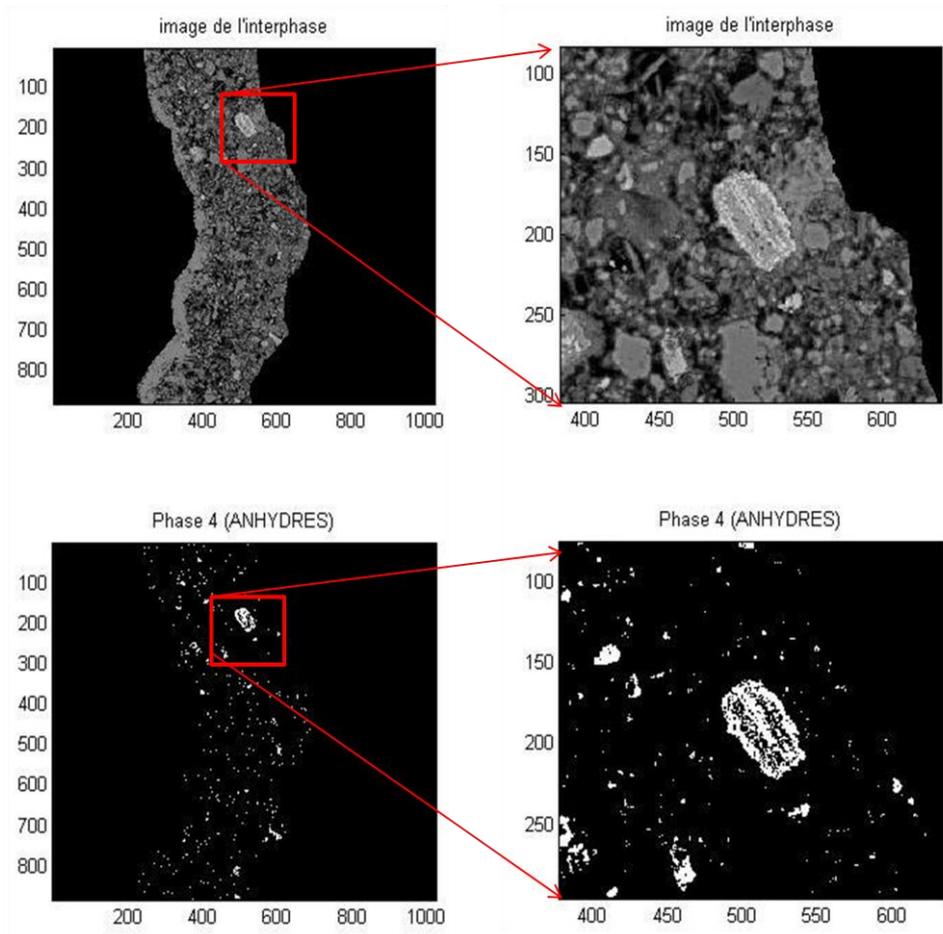


Figure II.48. Comparaison des zones spécifiques entre l'image de l'interphase et l'image binaire des anhydres

❖ Quantifications et répartitions des phases dans la zone d'interphase

Afin de suivre les répartitions des phases dans la zone d'interphase, cette zone est divisée en plusieurs bandes identiques. L'épaisseur d'une bande doit être suffisamment petite pour assurer la continuité du gradient des phases. Après avoir consulté les recherches précédentes (Diamond 2001; Elsharief et al. 2003; L. Basheer et al. 2005), il a été décidé de choisir une épaisseur de bande de 10 μm .

Les bandes de 10 μm d'épaisseur sont coupées successivement de l'image d'interphase jusqu'à la distance de 100 μm à partir de l'interface. Pour chaque image d'interphase, 10 bandes de 236 μm de longueur x 10 μm de largeur ont été analysées.

Après avoir collecté les images d'interphase, les calques et les seuils correspondants à ces images, le troisième programme sous Matlab est réalisé pour quantifier les phases et observer leurs répartitions dans la zone d'interphase. Une boucle de calcul a été effectuée pour chaque image analysée. Le nombre de boucles correspond à la quantité d'images. Ce programme est présenté dans l'annexe 6.

II.8. Conclusion

La première partie de ce chapitre concerne la caractérisation minéralogique et physique des quatre roches retenues. En termes de porosité et d'absorption, les matériaux les moins poreux et les moins absorbants sont le basalte et le calcaire rose. A l'inverse, le matériau le plus poreux et le plus absorbant est le calcaire beige, il présente de plus la cinétique d'absorption la plus rapide. Le calcaire gris, lui, présente une porosité et une absorption intermédiaire. Vis-à-vis des propriétés mécaniques, trois roches ont des caractéristiques mécaniques élevées en compression et en traction soit dans l'ordre du plus résistant au moins résistant : le calcaire rose puis le calcaire gris et le basalte qui ont des résistances du même ordre de grandeur. Une roche est nettement moins résistante que la famille précédente, il s'agit du calcaire beige 3 à 3,5 fois moins résistant. Il s'agit de loin de la roche la plus poreuse.

La deuxième partie de ce chapitre nous a permis de décrire les modes de fabrication des composites et des mortiers ainsi que les dispositifs expérimentaux permettant d'apprécier les caractéristiques mécaniques des zones d'interphase ainsi que la méthodologie MEB permettant de quantifier la mésostructure de ces interphases.

CHAPITRE III. Résistances mécaniques de la zone d'interphase « granulats-pâte de ciment »

III.1.	Introduction.....	108
III.2.	Résistance mécanique des mortiers.....	108
III.3.	Résistances mécaniques des liaisons « roche-pâte de ciment »	116
III.3.1.	Effet de l'état de surface des roches	117
III.3.2.	Effet de la teneur en eau des roches	129
III.4.	Relation entre la résistance en traction et la résistance au cisaillement des composites « roche-pâte de ciment »	133
III.5.	Relation entre les résistances mécaniques des mortiers et celles des composites	135
III.6.	Conclusion	137

III.1. Introduction

Ce chapitre présente l'adhésion de la liaison « granulat-pâte de ciment » aux niveaux macroscopique et mésoscopique. Au niveau macroscopique, on étudie l'effet de la teneur en eau et de la résistance mécanique des granulats sur la résistance mécanique des mortiers. Les sables utilisés sont issus du concassage des quatre roches dont les caractéristiques ont été présentées dans le chapitre II. Au niveau mésoscopique, l'adhésion de la liaison « roche-pâte de ciment » sera étudiée en fonction des propriétés physiques des roches comme leur état de surface, leur humidité. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'étude des relations qui pourraient exister entre les résistances des composites et les propriétés mécaniques des mortiers.

III.2. Résistance mécanique des mortiers

Cette partie présente les résultats obtenus sur la résistance mécanique des mortiers. Les tests de compression ont été effectués sur des cubes issus des éprouvettes 4x4x16 cm³. Les résistances en compression des mortiers sont présentées tableaux III.1-2.

Granulat sec	Ages (jours)	Résistance en compression du mortier (MPa)	Ecart-type (MPa)
CR ($R_c = 190-250$ MPa)	7	53,3	1,4
BA ($R_c = 170-220$ MPa)		50,2	0,9
CG ($R_c = 160-240$ MPa)		52,7	0,6
CB ($R_c = 50-65$ MPa)		41,8	0,8
CR ($R_c = 190-250$ MPa)	28	64,8	1
BA ($R_c = 170-220$ MPa)		68,2	1,4
CG ($R_c = 160-240$ MPa)		68,8	1,2
CB ($R_c = 50-65$ MPa)		55,4	1,6

Tableau III.1. Résistances en compression des mortiers de granulats secs

Granulat sursaturé	Ages (jours)	Résistance en compression du mortier (MPa)	Ecart-type (MPa)
CR ($R_c = 190-250$ MPa)	7	51,6	1,1
BA ($R_c = 170-220$ MPa)		49,3	1,1
CG ($R_c = 160-240$ MPa)		45,3	0,8
CB ($R_c = 50-65$ MPa)		32,8	1,2
CR ($R_c = 190-250$ MPa)	28	62,1	1,7
BA ($R_c = 170-220$ MPa)		67,5	1,4
CG ($R_c = 160-240$ MPa)		60,6	1,4
CB ($R_c = 50-65$ MPa)		46,8	1,3

Tableau III.2. Résistances en compression des mortiers de granulats sursaturés

❖ **Classement de résistance en compression des mortiers**

On constate que la résistance en compression du mortier dépend à la fois de la résistance en compression et de la teneur en eau des granulats. Les résultats obtenus nous permettent de classer les résistances en compression des mortiers selon les résistances des roches:

➤ **Mortiers fabriqués avec des sables à l'état sec**

- **Sables issus des roches de résistances très élevées (environ 200 MPa)**

On trouve que les mortiers fabriqués avec des sables de calcaire rose, de calcaire gris et de basalte ont des résistances équivalentes. Quelle que soit l'échéance, les résistances en compression de ces mortiers sont très proches l'une de l'autre. Leurs résistances en compression varient entre 50 et 55 MPa à 7 jours et se trouvent entre 65 et 70 MPa à 28 jours.

- **Sable issu de la roche de résistance moyenne (environ 60 MPa)**

La résistance en compression du mortier de calcaire beige est d'environ 40 MPa à 7 jours et d'environ 55 MPa à 28 jours. Ce résultat indique que le mortier fabriqué avec des sables de calcaire beige est beaucoup moins résistant que les mortiers des trois autres sables. Un écart de résistance en compression de l'ordre de 10 à 15 MPa à 7 et 28 jours a été obtenu.

Le classement des mortiers fabriqués avec des sables à l'état sec selon leurs résistances en compression sont les suivants :

- Les mortiers de calcaire rose, de calcaire gris et de basalte sont les plus résistants. Leurs résistances en compression sont équivalentes.
- Le mortier de calcaire beige est le moins résistant.

➤ **Mortiers fabriqués avec des sables à l'état sursaturé**

• **Sables issus des roches de résistances très élevées**

Parmi les quatre mortiers, les mortiers de calcaire rose et de basalte sont les plus résistants. Leurs résistances en compression sont équivalentes. Elles varient autour de 50 MPa à 7 jours et se trouvent entre 60 et 70 MPa à 28 jours. Il a été remarqué que le mortier de calcaire gris est moins résistant que les mortiers de calcaire rose et de basalte. L'écart de résistance en compression est de l'ordre de 5 MPa.

• **Sable issu de la roche de résistance moyenne**

Le mortier de calcaire beige reste toujours le moins résistant. On constate un écart de résistance en compression très élevé entre ce mortier et les trois autres quelle que soit l'échéance. Cet écart est de l'ordre de 15 à 20 MPa.

Le classement des mortiers fabriqués avec des sables à l'état sursaturé selon leurs résistances en compression sont les suivants :

- Les mortiers de calcaire rose et de basalte restent les plus résistants.
- Le mortier de calcaire gris est intermédiaire.
- Le mortier de calcaire beige est toujours le moins résistant.

❖ **Faciès de rupture des mortiers**

L'observation des faciès de rupture récupérés à partir des tests de compression des mortiers montre que les éprouvettes se cassent principalement au niveau de la pâte de ciment. Une couche de dépôt de pâte de ciment est visible sur la surface des granulats (Figure III.1).

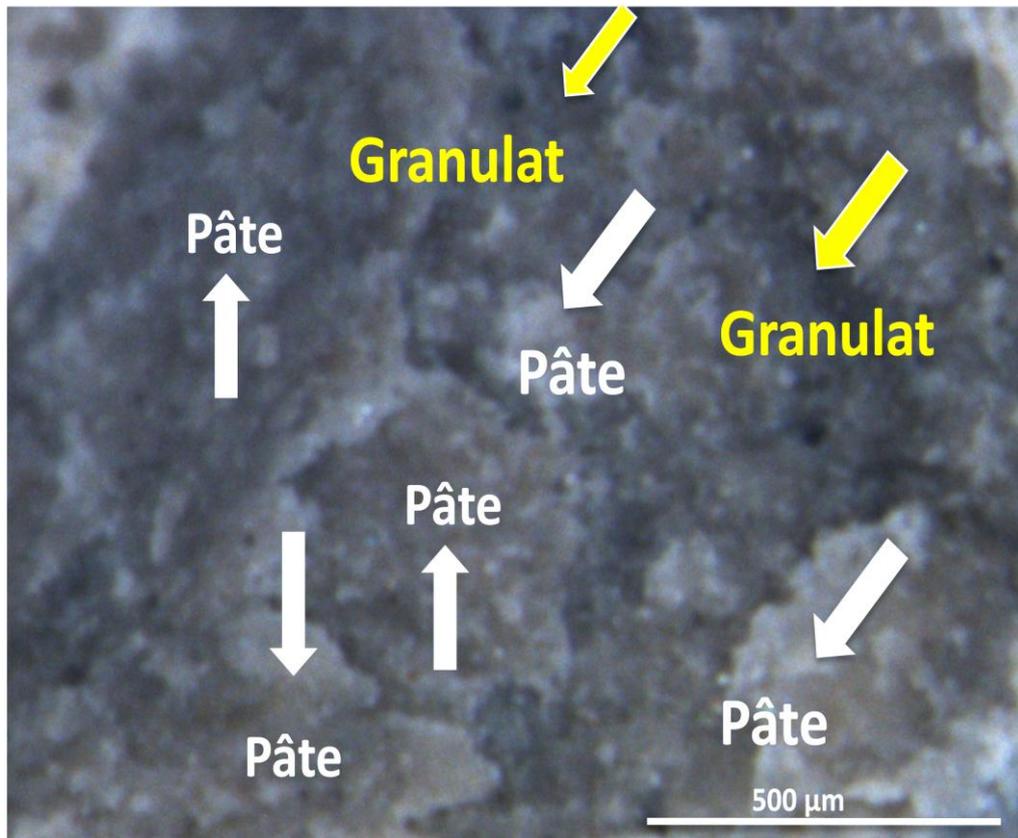


Figure III.1. Faciès de rupture du mortier de calcaire gris (échelle : 500 μm)

❖ **A partir des classements ci-dessus, on trouve que :**

- Dans le cas des matériaux de résistances très élevées, l'influence de la résistance des granulats sur la résistance du mortier n'est pas significative. On trouve que les trois roches : calcaire rose, calcaire gris et basalte n'ont pas la même résistance. Leurs résistances en compression varient entre 160 et 250 MPa (Tableau III.1). Or, les mortiers fabriqués avec des sables issus de ces roches à l'état sec présentent des résistances en compression équivalentes (Figure III.2). Cela nous permet de dire que dans le cas des roches à résistances très élevées, la résistance en compressions des mortiers est plutôt pilotée par la qualité de la pâte de ciment que la qualité des granulats.

L'observation des faciès de rupture récupérés à partir des tests de compression de ces 3 mortiers confirme que le granulat n'est pas le maillon faible. C'est plutôt la pâte de ciment dans la zone d'interphase granulat-pâte.

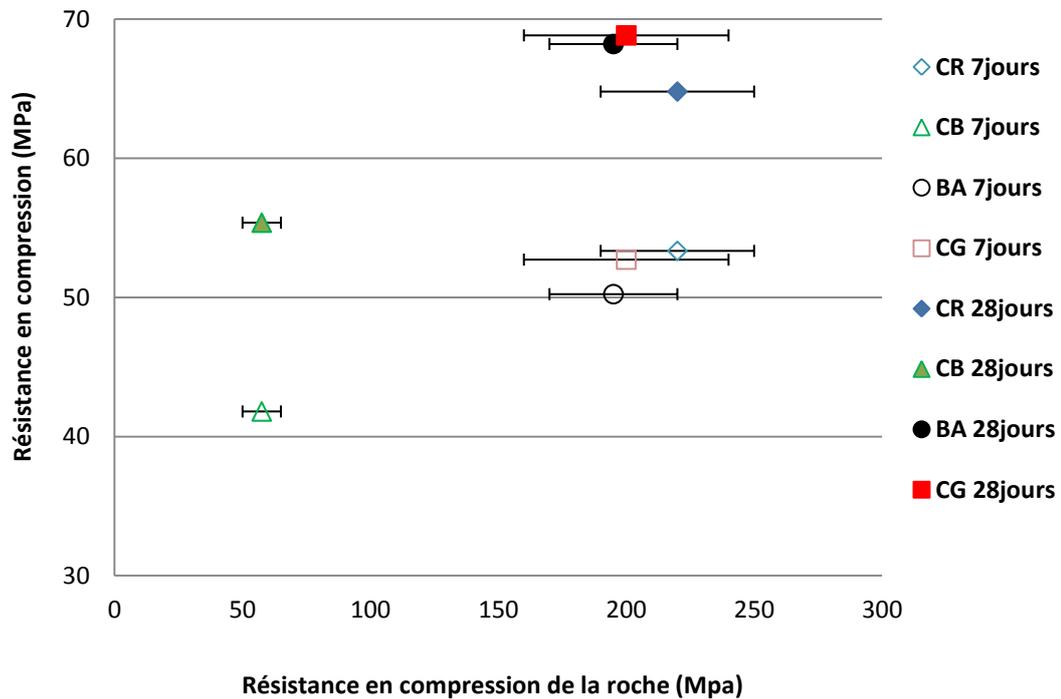


Figure III.2. Résistance en compression des mortiers de granulats secs en fonction de la résistance en compression des roches

- Il a été remarqué que, la résistance en compression du mortier diminue significativement lorsqu'on remplace un matériau de résistance très élevée par un autre de résistance moyenne (Figure III.2). Ce phénomène indique que dans le cas des granulats de résistance moyenne, la résistance en compression du mortier est affectée par la résistance des granulats. Autrement dit, le granulats de résistance moyenne est l'un des maillons faibles du mortier.
- D'autre part, on trouve que, les résistances en compression des mortiers fabriqués avec des granulats de calcaire rose, de calcaire gris et de basalte à l'état sursaturé ne sont pas équivalentes comme dans le cas des granulats à l'état sec. Il a été enregistré un écart de résistance en compression significatif entre le mortier de calcaire gris et ceux de calcaire rose et de basalte. Il faut noter que ces trois matériaux n'ont pas les mêmes propriétés physiques. Parmi ces trois matériaux, le calcaire gris est le plus poreux et le plus absorbant. Sa porosité est de 4,8% et son coefficient d'absorption

d'eau à 24 heures est de 2,8% (Tableau II.1-Tableau II.10). Les granulats de calcaire rose et de basalte sont de faible porosité (inférieur à 3%) avec des capacités d'absorption d'eau très faibles ($WA_{24} < 1\%$). Cela nous permet de penser que la saturation des granulats poreux et absorbants influence significativement la résistance en compression des mortiers. L'influence de la teneur en eau des sables sur la résistance en compression des mortiers sera présentée dans le paragraphe suivant.

❖ **Influence de la teneur en eau des sables sur la résistance en compression des mortiers**

Les résultats montrent que les mortiers fabriqués avec des sables à l'état sec sont plus résistants que ceux fabriqués avec des sables à l'état sursaturé quels que soient le type de granulat et l'échéance du mortier (Figure III.3-Figure III.4-Figure III.5-Figure III.6).

Pour les quatre matériaux, il a été observé une réduction de la résistance en compression du mortier en remplaçant des granulats secs par des granulats sursaturés. Cependant, l'influence de la saturation des granulats sur la résistance en compression des mortiers n'est pas identique pour les quatre matériaux utilisés.

On trouve que dans le cas des matériaux peu poreux et très peu absorbants, l'influence de la teneur en eau des sables sur la résistance en compression du mortier n'est pas importante.

Dans le cas du calcaire rose, il a été constaté que la résistance en compression du mortier de granulats sursaturés est légèrement inférieure à celle de granulats secs (Figure III.3). L'écart de résistance en compression à 7 jours et 28 jours est de l'ordre de 2 MPa. Cet écart correspond à 3 et 4% de la résistance en compression du mortier à l'état sec (Figure III.7).

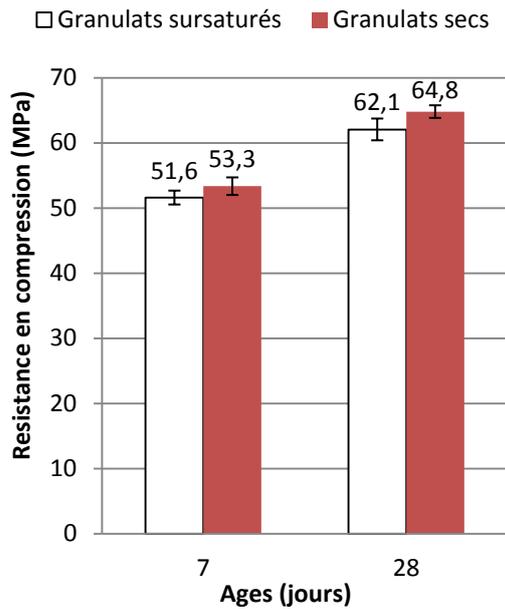


Figure III.3. Résistances en compression des mortiers du calcaire rose (WA₂₄=0,85%)

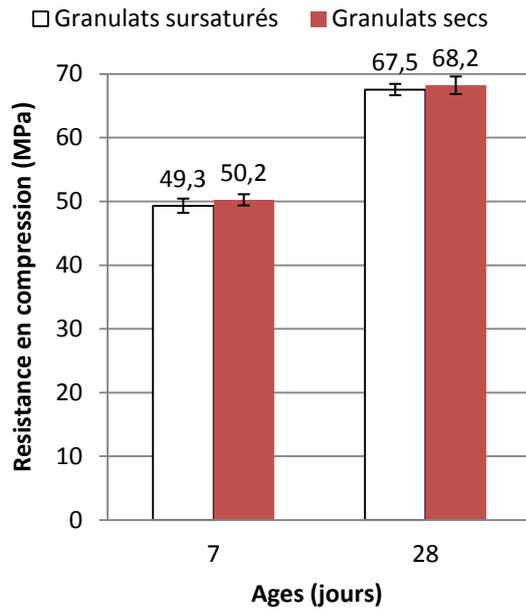


Figure III.4. Résistances en compression des mortiers du basalte (WA₂₄=0,95%)

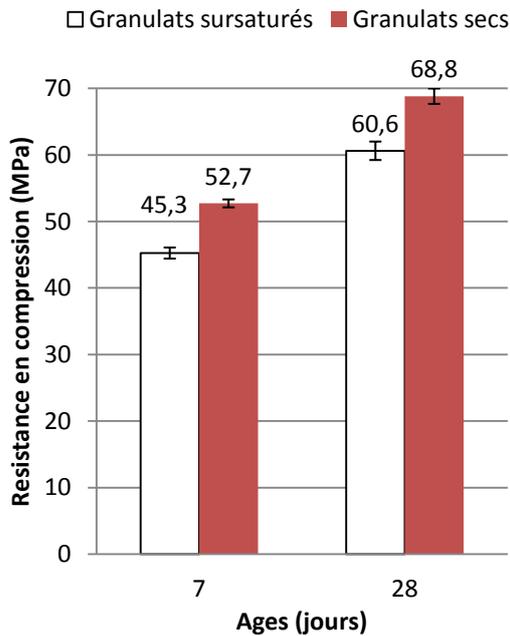


Figure III.5. Résistances en compression des mortiers du calcaire gris (WA₂₄=2,8%)

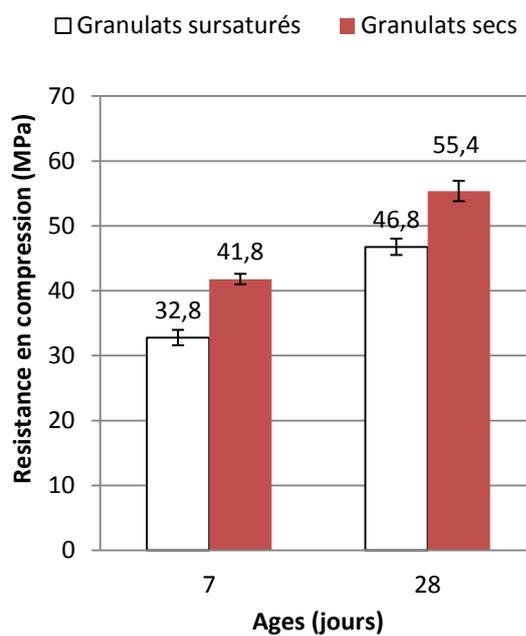


Figure III.6. Résistances en compression des mortiers du calcaire beige (WA₂₄=9,2%)

Une tendance similaire a été observée sur le mortier de basalte (Figure III.4). Ces résultats montrent que dans le cas des granulats de très faible capacité d'absorption d'eau, l'état de saturation des granulats a peu d'influence sur la résistance en compression des mortiers. Les

coefficients d'absorption d'eau du calcaire rose et du basalte sont inférieurs à 1%, alors que les résistances en compression des mortiers fabriqués avec ces granulats ne sont quasiment pas affectées par la saturation des sables.

Par contre, la saturation des granulats poreux et absorbants affecte significativement la résistance du mortier. Dans le cas du calcaire gris, l'effet de la teneur en eau des sables sur la résistance en compression du mortier est très marqué. Cet effet est caractérisé par un écart important d'environ 10 MPa à l'âge de 7 et 28 jours (Figure III.5). Cela correspond à une chute de l'ordre de 10 à 15% de la résistance en compression du mortier (Figure III.7).

Parmi les quatre matériaux, l'effet de la teneur en eau des sables est le plus marqué pour le calcaire beige. Le remplacement des granulats secs par des granulats sursaturés affecte forcément la résistance en compression du mortier de calcaire beige. Il a été observé une chute de résistance en compression d'environ 20% à 7 jours et d'environ 15% à 28 jours. (Figure III.7).

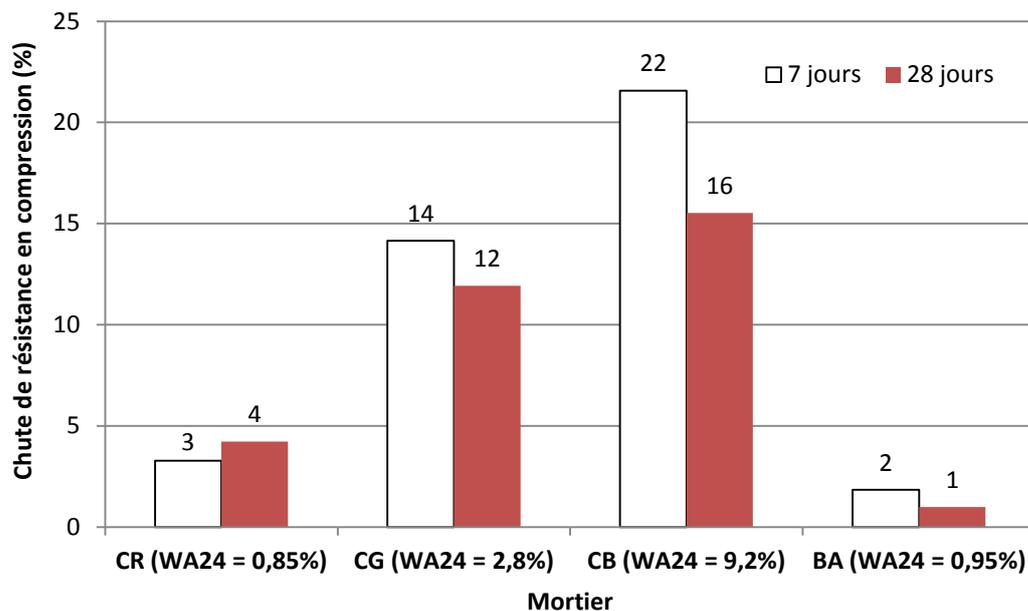


Figure III.7. Chute de résistance en compression des mortiers des trois calcaires

En comparant la chute de résistance en compression des mortiers des trois calcaires, on trouve que plus la capacité d'absorption d'eau des granulats est importante, plus la résistance en compression du mortier diminue (Figure III.7). Le calcaire rose est le moins absorbant et la chute de résistance en compression du mortier de ce calcaire est la plus

faible (inférieure à 5%). Le calcaire beige est le plus absorbant et la chute de résistance en compression est la plus importante (de l'ordre de 15 à 20%).

➤ **A partir des résultats présentés ci-dessus, on peut conclure que :**

Quels que soient le type de granulat et l'échéance de la pâte, la résistance des mortiers est pilotée par la teneur en eau des granulats. On suppose que l'absorption d'eau des granulats influence la qualité de la pâte de ciment dans la zone d'interphase et par conséquent, affecte la résistance mécanique du mortier. On reviendra sur ce point à la fin du chapitre IV.

En plus, l'observation des faciès de rupture nous permet de penser que c'est la pâte de ciment dans la zone d'interphase qui présente le maillon le plus faible du mortier et pilote la résistance du mortier. Ces analyses nous amènent à travailler sur des composites « roche-pâte de ciment ». Grâce aux liaisons à l'échelle mésoscopique, on peut mieux comprendre l'influence des propriétés physiques des granulats sur l'adhérence « granulat-pâte de ciment » et sur le mode de rupture de ces liaisons.

III.3. Résistances mécaniques des liaisons « roche-pâte de ciment »

Dans cette partie, on vise à étudier l'adhésion des composites « roche-pâte de ciment ». L'effet de l'état de surface et de la saturation de la roche sur la résistance mécanique des composites sera étudié. La pâte de ciment a été fabriquée avec deux rapports $E/C=0,4$ et $0,55$. Après avoir analysé des résultats, on trouve que ces deux pâtes de ciment présentent le même comportement au niveau de l'adhérence avec les roches. C'est pourquoi, on présente uniquement les résultats obtenus sur les composites de rapport $E/C=0,4$ dans les paragraphes suivants. Les résistances mécaniques des composites de rapport $E/C=0,55$ seront présentées dans l'annexe 7. Pour chaque composite, 6 éprouvettes ont été fabriquées. En raison de la difficulté de fabrication des composites de l'essai de cisaillement, 3 éprouvettes ont été fabriquées par composition. Le coefficient de variation des valeurs mesurées sur les résistances en traction et au cisaillement est inférieur à 10%.

III.3.1. Effet de l'état de surface des roches

L'effet de l'état de surface des roches est étudié avec des roches à l'état sec. L'objectif est de comparer les résistances en traction et au cisaillement des liaisons « roche à l'état brut de sciage/carottage-pâte » à celles des liaisons « roche à l'état poli-pâte ».

❖ Résistance en traction

Les roches à l'état brut de sciage utilisées pour l'essai de traction sont caractérisées par un écart moyen de rugosité R_a qui varie entre 4,5 et 6,5 μm (Tableau II.7). En appliquant un même protocole de polissage comme indiqué dans la partie II.1.4, l'écart moyen de rugosité R_a des roches à l'état poli diminue jusqu'à une valeur autour de 2 μm , ce qui correspond à une perte de l'ordre de 55 à 65% de la rugosité initiale.

Les figures III.8-9 présentent l'effet de l'état de surface des roches sur l'adhérence des liaisons « roche-pâte de ciment de rapport E/C=0,4 » à l'échéance de 7 et 28 jours.

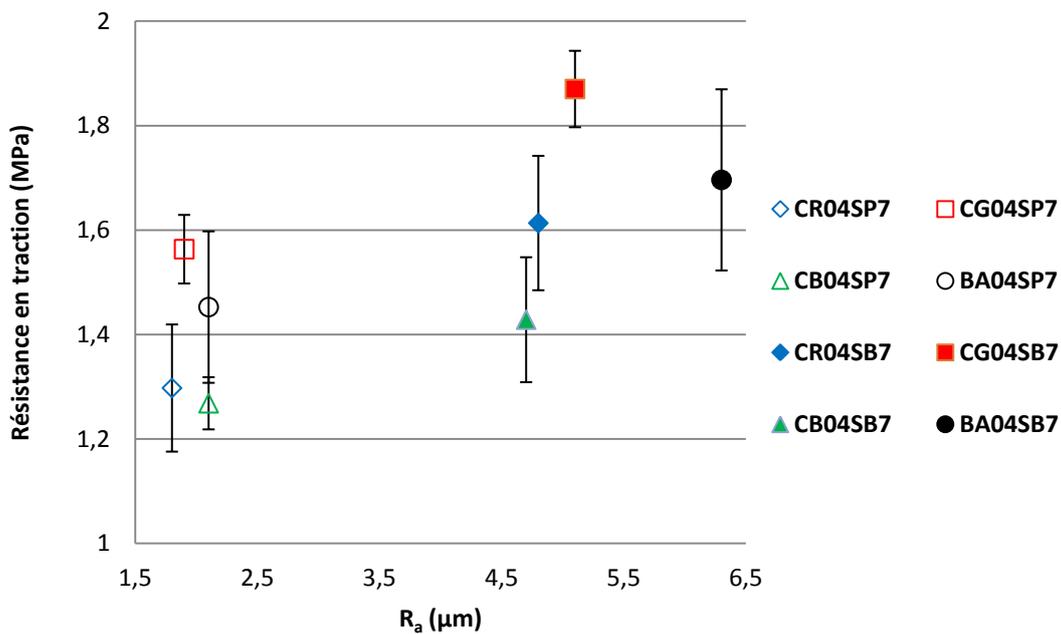


Figure III.8. Effet de l'état de surface des roches sur la résistance en traction des composites (E/C = 0,4 ; 7 jours)

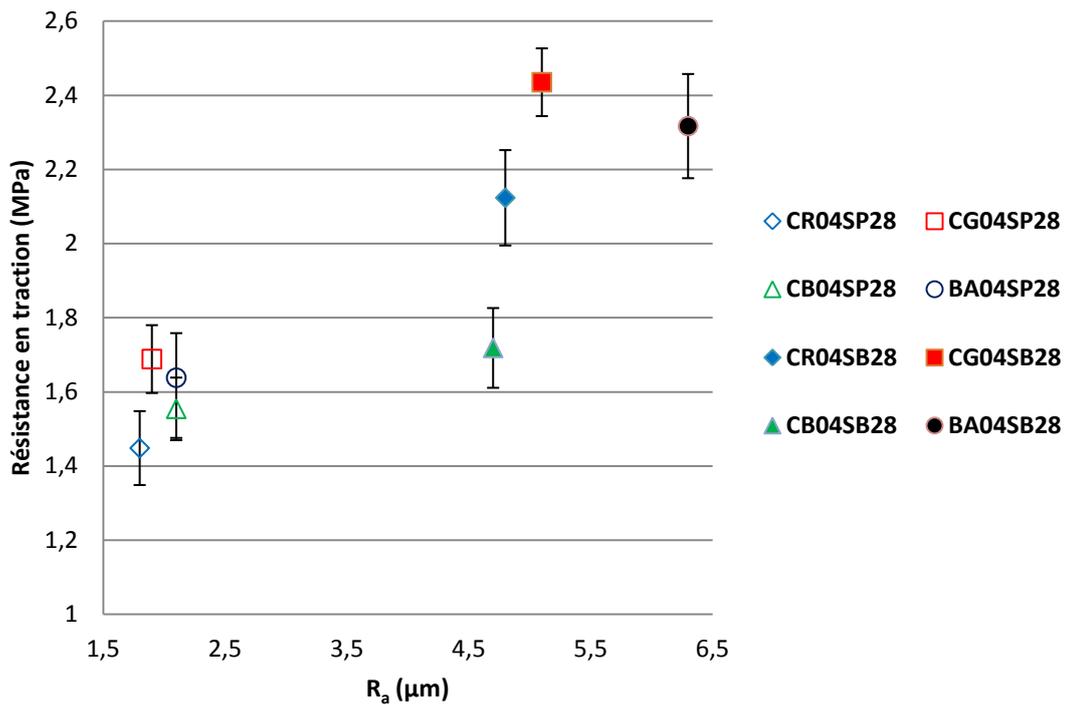


Figure III.9. Effet de l'état de surface des roches sur la résistance en traction des composites ($E/C = 0,4$; 28 jours)

➤ Composites fabriqués avec des roches de résistances très élevées

La résistance en traction des liaisons « roche à l'état brut de sciage-pâte de ciment » se trouve entre 1,6 et 1,9 MPa pour la pâte à 7 jours et de 2,1 à 2,5 MPa pour la pâte à 28 jours. Il a été observé que, quelle que soit l'échéance, la résistance en traction du composite diminue significativement en remplaçant une roche à l'état brut de sciage par celle à l'état poli. Comme indiqué dans la figure III.10, pour les trois roches de résistances très élevées, une réduction de l'ordre de 65% de R_a provoque une chute entre 15 et 20% de la résistance en traction des composites à 7 jours et d'environ 30% de la résistance en traction des composites à 28 jours.

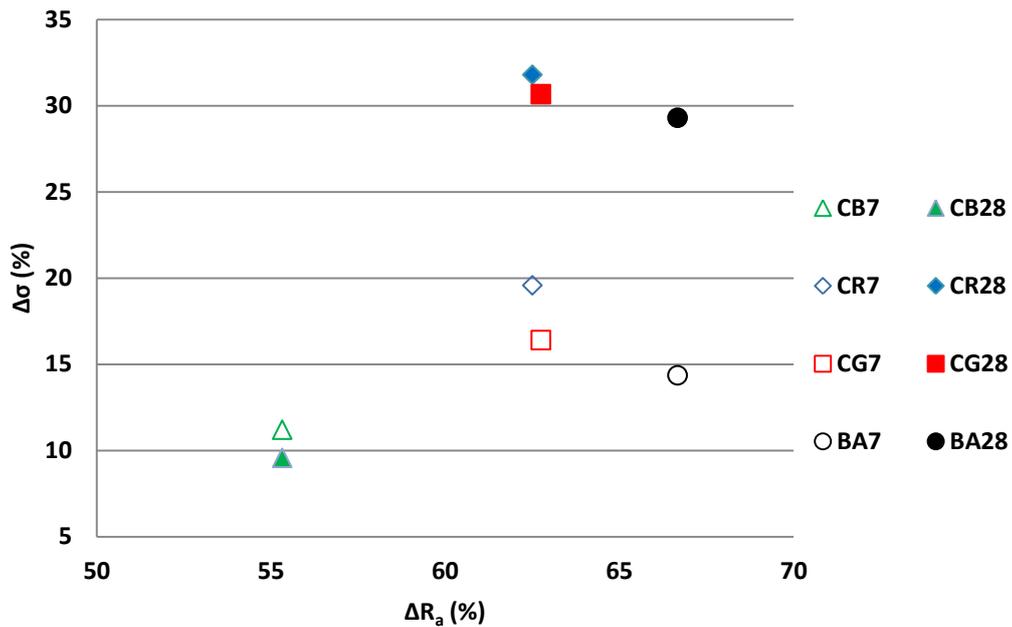


Figure III.10. Chute de résistance en traction des composites ($\Delta\sigma$) à 7 et 28 jours en relation avec la réduction de rugosité des roches (ΔR_a) ($E/C = 0,4$)

➤ **Composites fabriqués avec de la roche de résistance moyenne**

Une tendance similaire a été observée pour le composite de calcaire beige. Quelle que soit l'échéance, la résistance en traction de ce composite diminue en polissant la surface de cette roche (Figure III.8-Figure III.9).

Le composite de cette roche à l'état brut de sciage présente une résistance en traction d'environ 1,4 MPa à 7 jours et d'environ 1,7 MPa à 28 jours. Une réduction de 55% de R_a conduit à diminuer d'environ 10% la résistance en traction de la liaison entre ce calcaire et la pâte aux échéances de 7 et 28 jours (Figure III.10).

❖ **Résistance au cisaillement**

Comme on l'a présenté dans le chapitre II (Tableau II.7), les pierres cylindriques à l'état brut de carottage fabriquées pour l'essai de cisaillement sont caractérisées par un écart moyen de rugosité R_a qui varie entre 6 et 7,5 μm . Après le polissage, l'écart moyen de rugosité R_a de ces pierres diminue jusqu'à une valeur autour de 2 μm , ce qui correspond à une perte d'environ 60 à 75% de la rugosité initiale.

Les figures III.11-12 présentent l'effet de l'état de surface des roches sur la résistance au cisaillement des liaisons « roche-pâte de ciment de rapport E/C=0,4 ». Il est apparu que les résistances au cisaillement des quatre composites présentent des tendances similaires lorsque la rugosité des roches diminue. Les lignes de tendance tracées sur les figures III.11-12 sont quasiment parallèles. Cette observation démontre que la résistance au cisaillement est très sensible à la rugosité des roches.

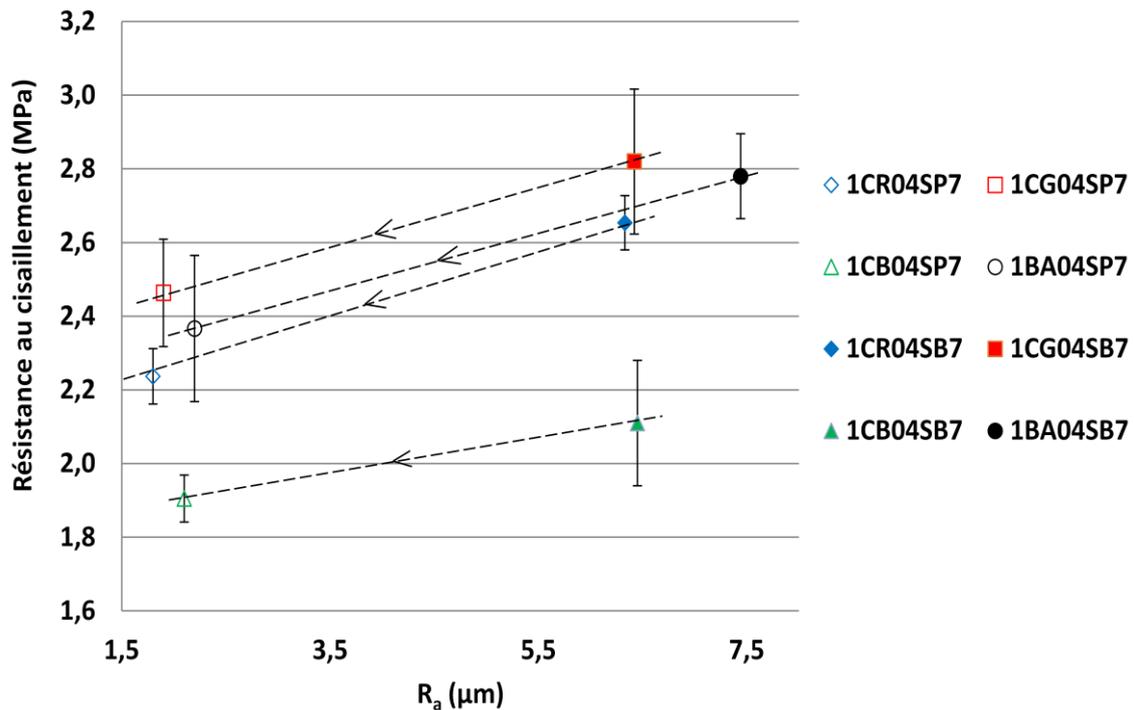


Figure III.11. Effet de l'état de surface des roches sur la résistance au cisaillement des composites (E/C = 0,4 ; 7 jours)

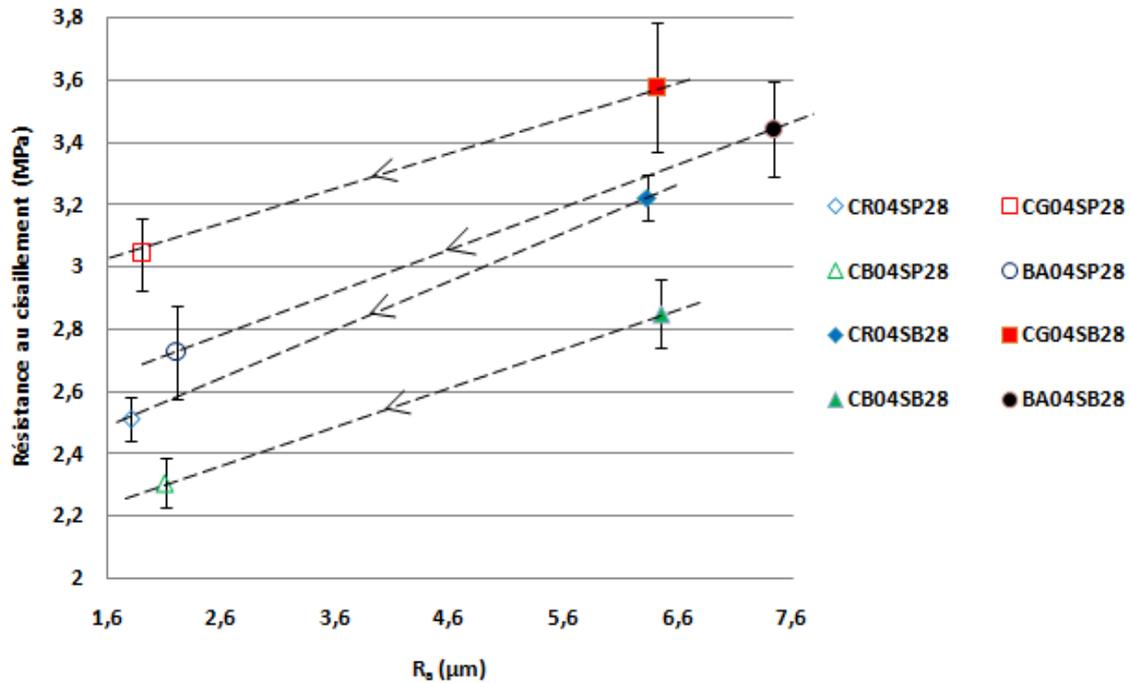


Figure III.12. Effet de l'état de surface des roches sur la résistance au cisaillement des composites ($E/C = 0,4$; 28 jours)

➤ Composites fabriqués avec des roches de résistances très élevées

Comme indiqué dans les figures III.11-12, la résistance au cisaillement des liaisons « roche à l'état brut de carottage-pâte » se trouve entre 2,6 et 2,9 MPa à l'âge de 7 jours et entre 3,2 et 3,6 MPa à l'âge de 28 jours. Une réduction significative de la résistance au cisaillement a été observée en remplaçant une roche à l'état brut de carottage par celle à l'état poli. Cette réduction est de l'ordre de 0,4 MPa à 7 jours et de 0,6 MPa à 28 jours. On constate qu'avec une réduction de l'ordre de 70% de R_a , les composites des trois roches de résistances très élevées perdent environ 15 à 20% de leurs résistances au cisaillement à 7 jours et à 28 jours (Figure III.13).

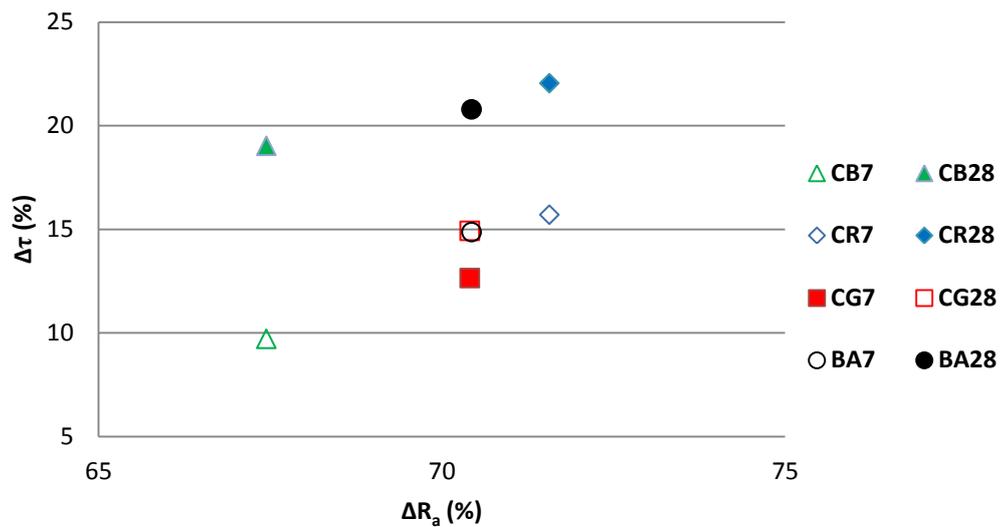


Figure III.13. Chute de la résistance au cisaillement ($\Delta\tau$) à 7 et 28 jours en relation avec la réduction de rugosité (ΔR_a) des roches ($E/C = 0,4$)

➤ **Composites fabriqués avec de la roche de résistance moyenne**

En utilisant la roche de calcaire beige, la résistance au cisaillement de la liaison « roche à l'état brut de carottage – pâte » passe de 2,1 MPa à l'âge de 7 jours à 2,9 MPa à l'âge de 28 jours. Le polissage de la surface de cette roche a fait baisser d'environ 0,4 MPa la résistance au cisaillement pour les composites à 7 et 28 jours. Cette diminution correspond à une réduction entre 10 et 20% de la résistance au cisaillement (Figure III.13).

❖ **A partir des essais de traction et de cisaillement effectués sur des composites, on trouve que :**

➤ L'adhérence des liaisons « roche - pâte de ciment » est affectée par l'état de surface de la roche. La résistance mécanique de ces liaisons diminue lorsque la rugosité de la roche se réduit.

En utilisant des roches de résistances très élevées, le polissage de la surface des roches provoque une perte moyenne d'environ 15 à 30% de la résistance en traction des composites testés à 7 et 28 jours. Le polissage entraîne également une chute moyenne d'environ 15 à 20% de la résistance au cisaillement des composites à 7 et 28 jours (Figure III.14).

L'effet du polissage sur la résistance des composites est moins marqué pour la roche de résistance moyenne que pour les roches de résistances très élevées. Les composites de calcaire beige présentent une chute d'environ 10 à 20% lorsqu'on remplace une surface brute de sciage/carottage par une surface polie (Figure III.10-Figure III.13).

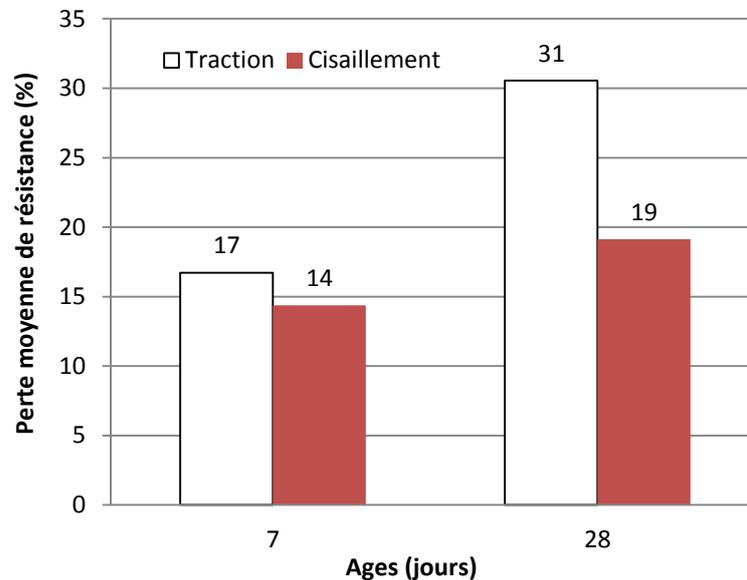


Figure III.14. Perte moyenne de résistance des composites des trois roches de résistances très élevées : calcaire rose, calcaire gris et basalte.

- Quelle que soit l'échéance, le classement des composites des 4 roches à l'état brut de sciage selon leurs résistances en traction est le suivant :
 - La liaison « calcaire gris - pâte de ciment » est la plus résistante.
 - Les liaisons « calcaire rose - pâte de ciment » et « basalte - pâte de ciment » ont des résistances équivalentes et intermédiaires.
 - La liaison « calcaire beige - pâte de ciment » est la moins résistante.

- Dans le cas des matériaux de résistances très élevées, l'influence de la résistance en traction des roches sur la résistance en traction des composites n'est pas significative. On trouve que les trois roches : calcaire rose, calcaire gris et basalte n'ont pas la même résistance. Leurs résistances en traction par fendage varient entre 15 et 25 MPa (Tableau II.5). Or, les composites fabriqués avec ces trois roches à l'état sec présentent un même niveau de résistance en traction (Figure III.15). Cela nous permet de dire que dans le cas des roches à résistances très élevées, la résistance en traction

des composites est plutôt pilotée par la qualité de la pâte de ciment que par la qualité des roches. Une tendance similaire a été observée pour la résistance en compression des mortiers fabriqués avec des sables issus de ces trois roches (Figure III.2).

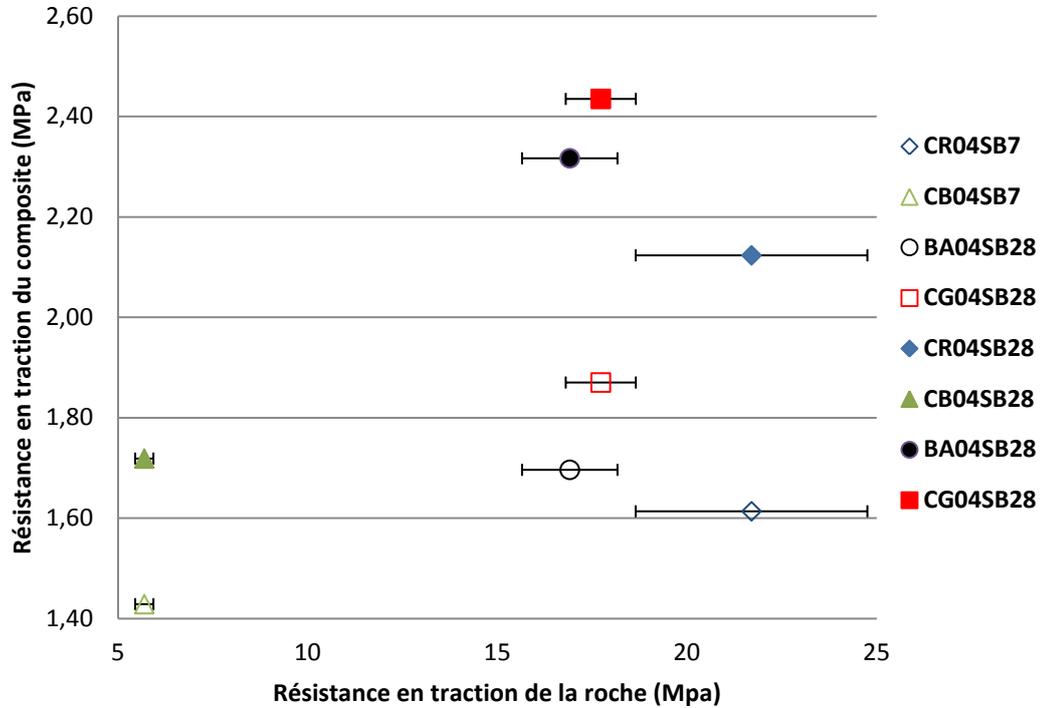


Figure III.15. Résistance en traction des composites des roches sèches à l'état brut de sciage en fonction de la résistance en traction des roches.

- Il a été remarqué que, la résistance en traction du composite diminue significativement lorsqu'on remplace un matériau de résistance très élevée par un autre de résistance moyenne (Figure III.15). Le calcaire beige présente une adhésion plus faible avec la pâte de ciment que les trois autres. Ce phénomène indique que dans le cas des granulats de résistance moyenne, la résistance en traction du composite est affectée par la résistance de la roche.
- Après le polissage, la résistance en traction des composites « roche-pâte de ciment » est sensiblement identique quelle que soit l'échance. Le tableau III.3 présente la variation de résistances en traction des composites. On trouve que l'écart entre les valeurs maximale et minimale diminue lorsqu'on utilise des roches à l'état poli. Autrement dit, les résistances en traction des composites des quatre roches

s'approchent l'une de l'autre après polissage. Il est difficile de faire un classement des composites fabriqués avec des roches polies. Néanmoins, on constate que:

- La liaison « calcaire gris - pâte » reste la plus résistante.
- La liaison « calcaire beige-pâte de ciment » reste la moins résistante.

	7 jours		28 jours	
	Brut de sciage	Poli	Brut de sciage	Poli
Max (MPa)	1,87	1,56	2,44	1,69
Min (MPa)	1,43	1,27	1,72	1,45
Ecart (MPa)	0,44	0,30	0,72	0,24

Tableau III.3. Variation de résistances en traction des composites

➤ Quel que soit l'état de surface de la roche, les classements des composites de cisaillement et des composites de traction sont identiques. Toutefois, dans le cas des roches à l'état poli, les résistances au cisaillement des quatre composites sont plus dispersées surtout à l'âge de 28 jours (Tableau III.4).

	7 jours		28 jours	
	Brut de carottage	Poli	Brut de carottage	Poli
Max (MPa)	2,82	2,46	3,57	3,04
Min (MPa)	2,11	1,91	2,85	2,31
Ecart (MPa)	0,71	0,56	0,73	0,74

Tableau III.4. Variation de résistances au cisaillement des composites

❖ Modes de rupture des composites

En observant des faciès de rupture des composites à l'issue des essais en traction et au cisaillement, on trouve que, quels que soient le type et l'état de surface de la roche, les composites « roche-pâte de ciment » se cassent au niveau de l'interphase. La pâte de ciment s'est détachée sous des efforts très variables en abandonnant, sur la surface de la roche, une fine couche de constituants hydratés. Ce phénomène a été observé pour les composites fabriqués avec des roches à l'état brut de sciage/carottage (Figure III.16). En utilisant des

roches à l'état poli, on trouve une couche de pâte de ciment qui est attachée sur la surface de la roche. Cependant, cette couche est très fine (Figure III.17).

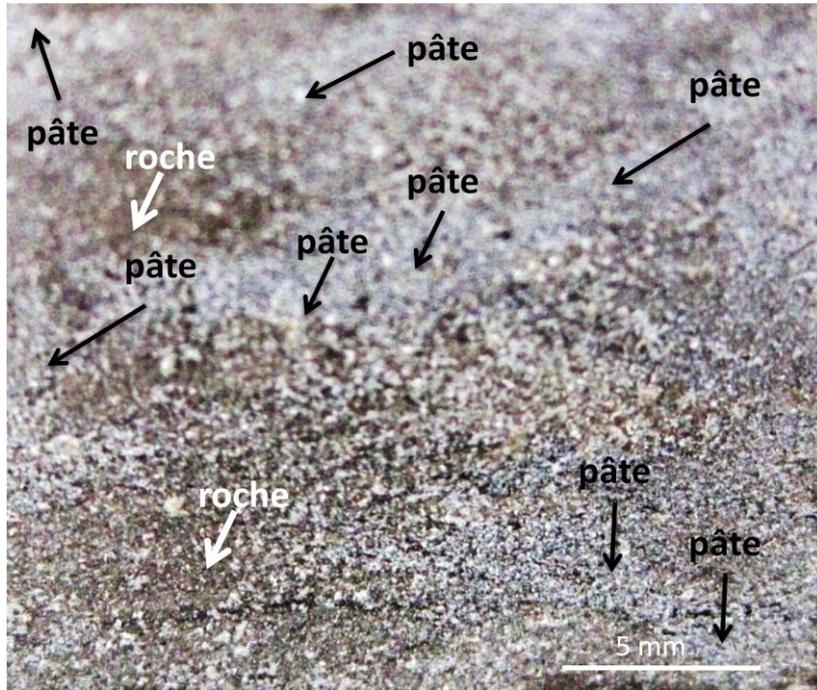


Figure III.16. Faciès de rupture des composites: roche à surface brute

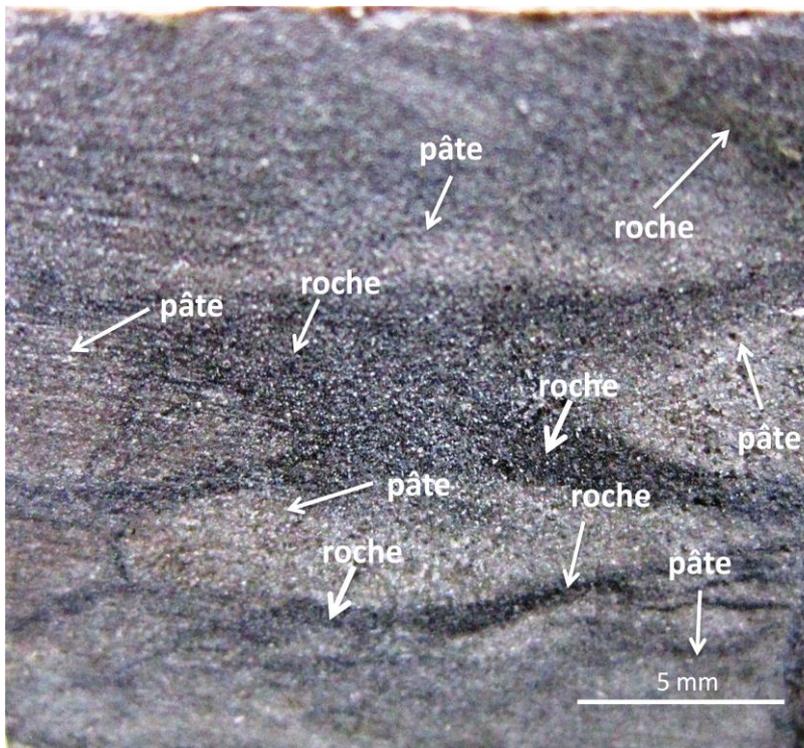


Figure III.17. Faciès de rupture des composites: roche à surface polie

L'observation des faciès de rupture des composites démontre que dans tous les cas, la roche ne casse pas. On peut affirmer que ce n'est pas la roche qui présente le maillon faible de la liaison « roche-pâte de ciment » mais la pâte de ciment dans l'interphase.

Ces analyses ci-dessus ont été confirmées par comparaison entre la résistance en traction des roches et celle des composites. La résistance en traction par fendage de la roche mesurée par essai brésilien est d'environ 15 à 25 MPa pour le calcaire rose, le calcaire gris et le basalte et d'environ 6 MPa pour le calcaire beige (Tableau II.5). Or, la résistance en traction maximale des composites à 28 jours est de l'ordre de 2,5 MPa (Figure III.9). Ceci indique que la résistance en traction de la roche est beaucoup plus élevée que celle de la liaison « roche-pâte de ciment » quels que soient le matériau et l'échéance de la pâte de ciment.

En outre, la résistance en traction de la pâte pure de rapport E/C=0,4 à 28 jours mesurée par l'essai brésilien est de l'ordre de 4 MPa (Tableau II.14). Cela montre que la résistance en traction de la pâte pure est plus élevée que celle du composite. C'est pourquoi, on peut dire que la zone intermédiaire entre la roche et le cœur de la pâte de ciment est le maillon le plus faible de la liaison « roche-pâte de ciment ».

La décohésion des liaisons peut être attribuée à l'existence d'une zone intermédiaire de faible résistance entre la surface de ces roches et la pâte. Elle est considérée comme la zone présentant des propriétés différentes de celles du cœur de la pâte : la porosité est plus élevée et les produits d'hydratation existant dans cette zone sont de faible cohésion. Par conséquent, lorsqu'une sollicitation externe suffisante est appliquée sur le système, une rupture cohésive se produit dans la couche interfaciale de plus faible cohésion.

Dans notre cas, si les composites des quatre roches se cassent systématiquement au sein de l'interphase, la résistance mécanique des composites sera indépendante de la résistance des roches. Or, on trouve que le calcaire beige présente une adhésion plus faible avec la pâte de ciment que les trois autres. Ce résultat nous amène à penser que la décohésion de la liaison « calcaire beige-pâte de ciment » est apparue à la fois dans l'intérieur de la zone d'interphase et à l'interface de contact.

Les modes de rupture ci-dessus ont été confirmées par (Odler & Zürz 1988). Selon ces auteurs, la zone la plus faible de la liaison « roche-pâte de ciment » apparaît soit à l'interface de contact, soit dans l'intérieur de la zone de l'interphase. Dans tous les cas, la

rupture n'a pas lieu au sein du premier sous-domaine de la zone de l'interphase (le film duplex de contact : voir le paragraphe I.2).

❖ Origine de l'effet de l'état de surface

Les résultats obtenus sur les résistances mécanique des composites et l'observation des faciès de rupture nous montrent que l'adhésion de la liaison « roche-pâte de ciment » dépend fortement de l'état de surface des roches. Cet effet a été confirmé par de nombreux auteurs (Tasong et al. 1998; Prokopski & Halbiniak 2000; Rao & Prasad 2002; Elices & Rocco 2008).

L'effet de l'état de surface peut être expliqué par la théorie de l'ancrage mécanique (Farran 1956). Cette théorie consiste en un ancrage mécanique de l'adhésif dans les cavités, les pores et les aspérités de surface du solide. L'adhésif liquide pénètre dans les pores de la phase solide et l'adhérence est assurée après le durcissement de l'adhésif, par l'effet d'interpénétration mécanique. Les pores et aspérités représentent un terrain où l'adhésif peut s'accrocher par de simples effets géométriques (Figure III.18). Dans le cas de la liaison roche-pâte de ciment, l'adhérence mécanique est assurée par les particules très finement cristallisées du ciment hydraté. Ces dernières enserrant les protubérances et les aspérités de la surface des roches. C'est pourquoi la rugosité est un facteur favorable à une bonne adhérence mécanique puisqu'elle permet d'augmenter l'aire de contact « roche-pâte » et le nombre de sites de réaction.

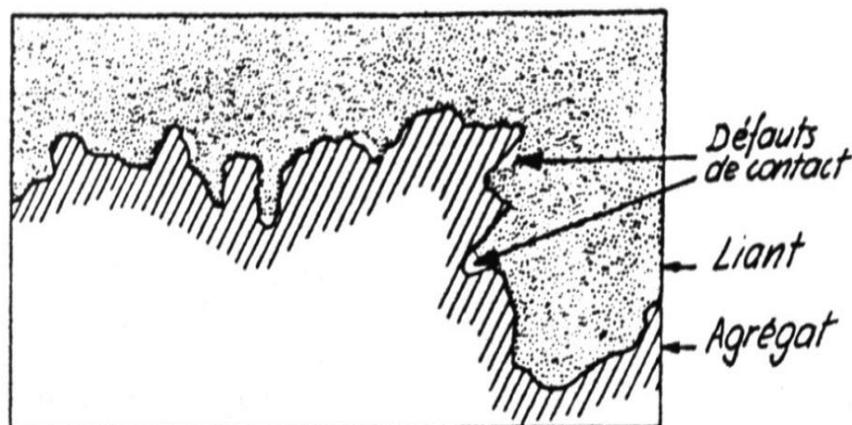


Figure III.18. Type d'adhérence par rugosité ou effet (Farran 1956)

En plus, dans le cas des roches à l'état brut, l'effet de paroi peut être diminué par rapport à l'état poli par le fait que les petites particules de ciment peuvent se déposer dans les aspérités et les cavités de la surface des roches grâce à la migration d'eau. Cela entraîne une diminution du rapport E/C local et diminue l'accumulation d'eau autour de la surface de la roche.

III.3.2. Effet de la teneur en eau des roches

Comme on l'a présenté dans le paragraphe III.2 (Figure III.7), l'effet de la teneur en eau des granulats sur la résistance mécanique des mortiers est très marqué pour les matériaux poreux et absorbants. Par contre, cet effet n'est pas significatif en utilisant des matériaux peu poreux et peu absorbants. C'est pourquoi il a été décidé d'étudier l'effet de la teneur en eau des roches sur les résistances mécaniques des composites pour les deux roches les plus poreuses: le calcaire gris (porosité ouverte = 4,8%) et le calcaire beige (porosité ouverte = 17,2%) (Tableau II.1). Ce sont des roches ayant des capacités d'absorption d'eau importantes. L'absorption par capillarité maximale du calcaire gris est environ de 800 g/m² et celle du calcaire beige est environ de 6000 g/m² (Figure II.13-Figure II.14). Les roches à l'état imbibé (saturé-surface sèche) ont été préparées par immersion dans l'eau pendant 24 heures puis leurs surfaces sont essuyées à l'aide d'un chiffon.

❖ Résistance en traction

En comparant les résistances en traction entre les composites fabriqués à partir de roches sèches et de roches à l'état imbibé, on trouve que les composites des roches à l'état sec sont plus résistants qu'à l'état imbibé. La figure III.19 présente les résistances en traction des composites à l'état imbibé, mises en relation avec celles des composites à l'état sec.

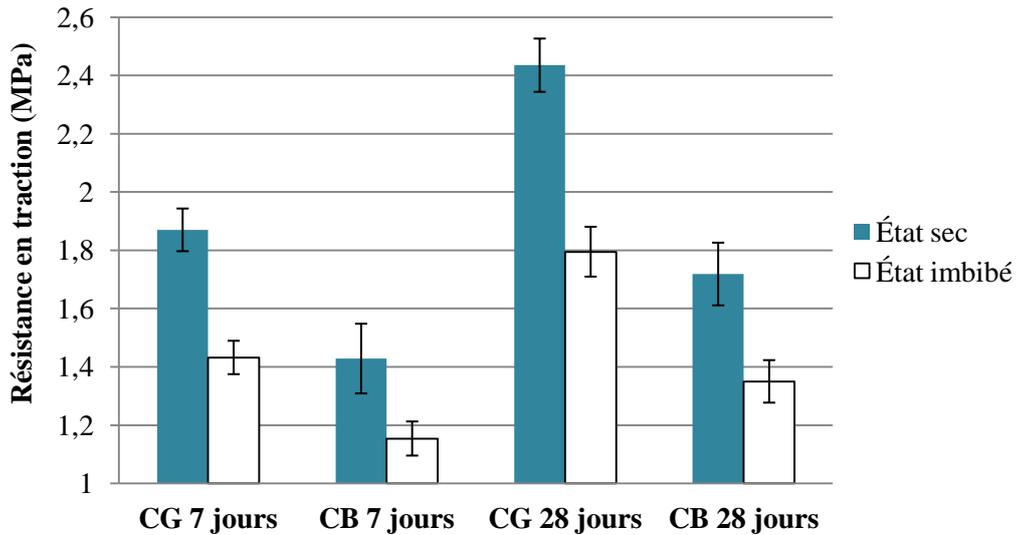


Figure III.19. Effet de la teneur en eau des roches sur la résistance en traction des composites (E/C = 0,4)

On constate que l'effet de la teneur en eau est très important pour les composites de rapport E/C de 0,4. Leurs résistances en traction diminuent significativement lorsqu'on utilise les roches à l'état imbibé. Des réductions de l'ordre de 20 à 25% de la résistance en traction ont été observées à l'échéance de 7 et 28 jours (Figure III.20). Ces réductions sont plus importantes que celles des résistances en compression des mortiers de calcaire gris et de calcaire beige (Figure III.7).

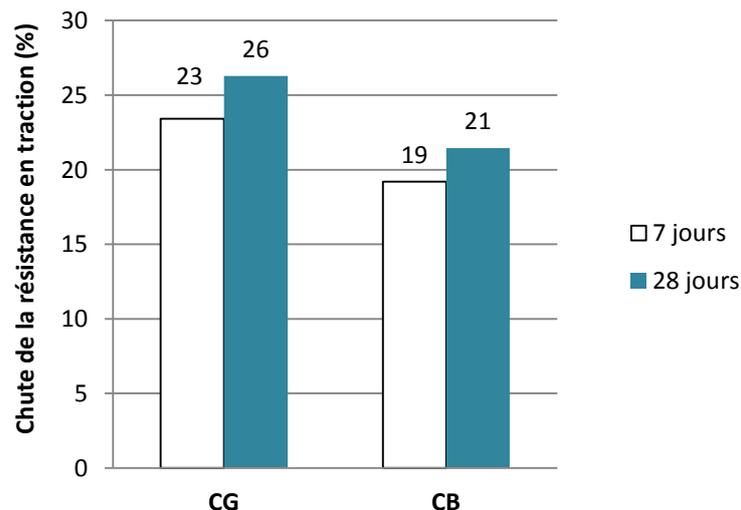


Figure III.20. Chute de la résistance en traction des composites (E/C = 0,4) par remplacement d'une roche à l'état sec par une roche à l'état imbibé

❖ **Résistance au cisaillement**

L'influence de la teneur en eau des roches sur la résistance au cisaillement des liaisons « roche-pâte » est présentée figure III.21.

Il a été observé qu'avec une roche fixée, le remplacement d'une roche à l'état sec par une roche à l'état imbibé engendre une diminution de la résistance au cisaillement des composites. La perte de résistance au cisaillement est de 15 à 25% (Figure III.22). Cette réduction est du même ordre de grandeur que celle des résistances en compression des mortiers de calcaire gris et de calcaire beige (Figure III.7).

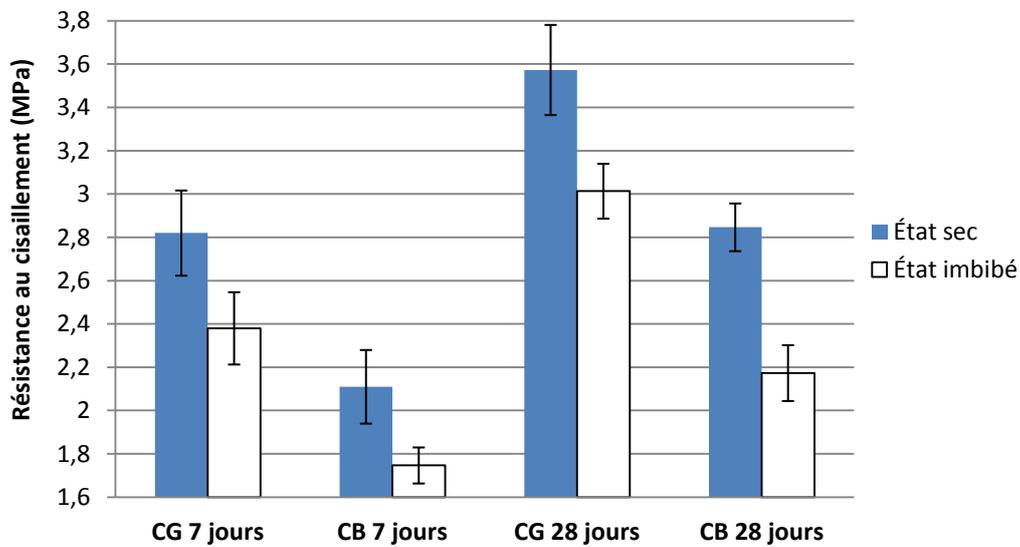


Figure III.21. Effet de la teneur en eau des roches sur la résistance au cisaillement des composites ($E/C = 0,4$)

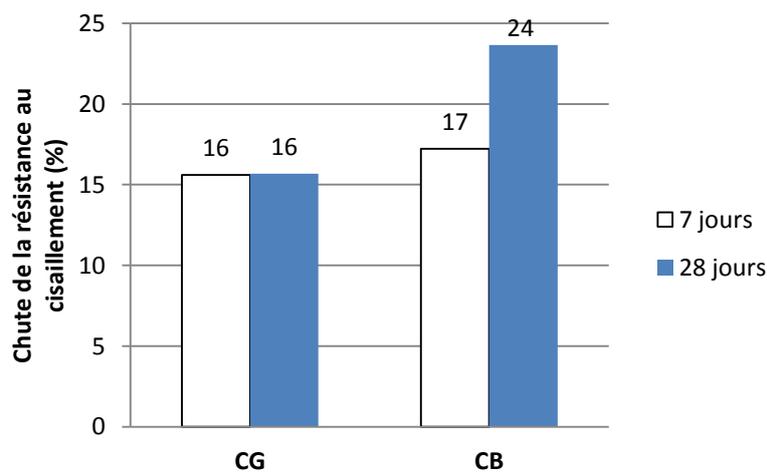


Figure III.22. Chute de la résistance au cisaillement des composites ($E/C = 0,4$) par remplacement d'une roche à l'état sec par une roche à l'état imbibé

❖ **A partir des tests réalisés avec les roches à l'état imbibé, on trouve que :**

Quelle que soit l'échéance, l'état de saturation des roches affecte significativement les résistances mécaniques de la liaison « roche-pâte de ciment ». Ce phénomène est attribué à la différence de microstructure de la zone d'interphase à l'état sec et à l'état imbibé. La zone d'interphase des roches à l'état sec est plus dense que celle des roches à l'état imbibé. Cela peut s'expliquer de la manière suivante :

- Au moment où la pâte fraîche est en contact avec la surface d'une roche à l'état sec, il existe une migration d'eau de gâchage vers les pores ouverts de la roche. Autrement dit, la roche à l'état sec absorbe une partie d'eau réservée pour la pâte lors de la mise en place de la pâte dans le moule. Ce phénomène est très important pendant la première heure d'hydratation du ciment. Ceci conduit à une baisse du rapport E/C initial à proximité de l'interface.
- Par contre, les roches à l'état imbibé absorbent très peu d'eau de gâchage par rapport à l'état sec car elles sont proches de l'état saturé. L'évolution d'absorption par capillarité des roches montre que, après 24 heures d'immersion dans l'eau, le calcaire gris et le calcaire beige continuent à absorber de l'eau mais avec une cinétique très faible. Elles absorbent presque totalement leurs capacités d'absorption à 24 heures d'immersion dans l'eau (80% pour le calcaire gris et 98% pour le calcaire beige) (Figure II.9-Figure II.10). C'est pourquoi la migration d'eau vers les pores ouverts de la roche à l'état imbibé est toujours existante mais avec une cinétique très faible. Par conséquent, le rapport E/C local à proximité de l'interface dans le cas des roches à l'état imbibé est supérieur à celui dans le cas des roches à l'état sec. D'autre part, plus le rapport E/C est élevé, plus l'accumulation d'eau sur l'interface est importante. Un rapport E/C élevé facilite la formation d'une pellicule liquide qui s'oppose à l'établissement d'une bonne liaison entre la surface de la roche et les constituants cristallisés du ciment.
- En plus, l'absorption d'eau par capillarité entraîne également la migration de petits grains de ciment vers les cavités à la surface de contact. Cette évolution permet de réduire l'effet de paroi et réduit le rapport E/C local en approchant de l'interface. La pénétration de la pâte dans les cavités de la surface des roches contribue à diminuer la porosité de la zone d'interphase et à améliorer l'ancrage mécanique « roche-pâte ».

III.4. Relation entre la résistance en traction et la résistance au cisaillement des composites « roche-pâte de ciment »

Les résultats obtenus sur les résistances des composites des roches à l'état brut de sciage/carottage montrent que, quelle que soit la teneur en eau de la roche, la résistance au cisaillement est proportionnelle à la résistance en traction (Figure III.23).

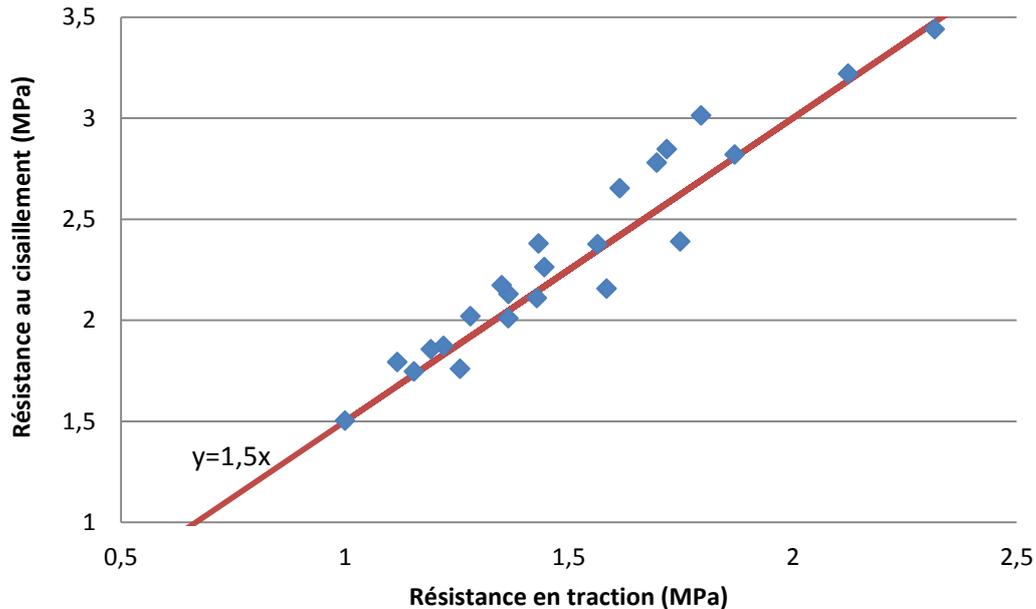


Figure III.23. Relation entre la résistance en traction et la résistance au cisaillement des composites « roche à l'état brut de sciage/carottage-pâte »

(4 roches à l'état brut de sciage/carottage; 2 âges : 7 et 28 jours ; 2 rapports E/C : 0,4 et 0,55)

Il semble toujours exister une relation linéaire entre les résistances mécaniques des composites en remplaçant des roches à l'état brut de sciage/carottage par celles à l'état poli (Figure III.24).

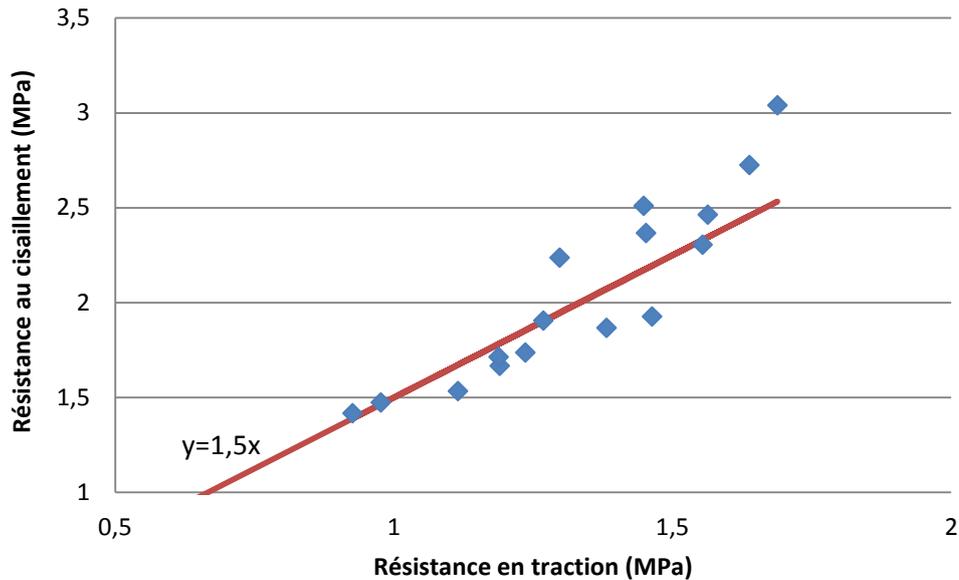


Figure III.24. Relation entre la résistance en traction et la résistance au cisaillement des composites « roche à l'état poli-pâte »

(4 roches à l'état poli; 2 âges : 7 et 28 jours ; 2 rapports E/C : 0,4 et 0,55)

L'ensemble des résultats montre qu'avec un état de surface et un état de teneur en eau donnés, la résistance au cisaillement est liée à la résistance en traction. Comme indiqué dans les figures ci-dessus, quels que soient l'état de surface et la teneur en eau de la roche, la résistance au cisaillement est d'environ 1,5 fois la résistance en traction. Cette relation est typique pour les matrices cimentaires. Cependant, cette relation semble fonctionner mieux pour les roches à l'état brut de sciage/carottage. Ces résultats obtenus nous permettent de dire que les résistances mécaniques des liaisons « roche-pâte de ciment » sont pilotées par la qualité de la pâte de ciment dans la zone d'interphase.

Ces relations démontrent que la rugosité de la roche joue un rôle très important dans le rapport résistance au cisaillement/résistance en traction des composites. Comme on l'a présenté dans le paragraphe II.2.5, les échantillons obtenus par carottage ont une rugosité R_a légèrement supérieure à ceux obtenus par sciage. La rugosité R_a des pierres cylindriques à l'état brut de carottage se trouve entre 6 et 7,5 μm alors que celle des cubes à l'état brut de sciage se trouve entre 4 et 6,5 μm . Après polissage les rugosités sont identiques que l'échantillon ait été obtenu par sciage ou par carottage. Cela montre que la perte de rugosité par polissage est plus importante pour des pierres cylindriques que pour des cubes. Or, la

résistance au cisaillement est toujours d'environ 1,5 fois la résistance en traction après polissage (Figure III.24). On en déduit que le polissage affecte plus la résistance en traction que la résistance au cisaillement des liaisons « roche-pâte de ciment ».

III.5. Relation entre les résistances mécaniques des mortiers et celles des composites

Dans la littérature, certains auteurs ont essayé de relier la résistance mécanique du béton à la qualité de la liaison « roche-pâte de ciment /mortier» (Oztekin 1987; Kawakami 1992; Mindess 1996; Husem 2003). Leurs résultats ont montré qu'il existe des relations entre la résistance du béton et celle de la liaison « roche-pâte de ciment/mortier ». En accord avec ces auteurs, nous avons également trouvé des relations entre les résistances mécaniques des liaisons « roche-pâte » et celles des mortiers.

Les résultats montrent qu'il y a des relations linéaires entre les résistances en compression des mortiers et les résistances en traction/cisaillement des composites dont les roches sont à l'état brut de sciage/carottage. Quelle que soit la teneur en eau de la roche, la résistance en compression d'un mortier contenant des granulats concassés à partir d'une roche est proportionnelle à la résistance en traction/cisaillement du composite entre cette roche et la pâte.

La figure III.25 présente la relation entre les résistances en traction des composites « roche à l'état brut de sciage » avec les résistances en compression des mortiers. D'autre part, il a été observé que la résistance au cisaillement est proportionnelle à la résistance en traction (paragraphe III.4). C'est pourquoi il existe également une relation entre les résistances au cisaillement des composites (roches à l'état brut de carottage) et les résistances en compression des mortiers (Figure III.26). Ces relations démontrent que la résistance en compression du mortier est affectée par les résistances mécaniques de la liaison « roche-pâte ».

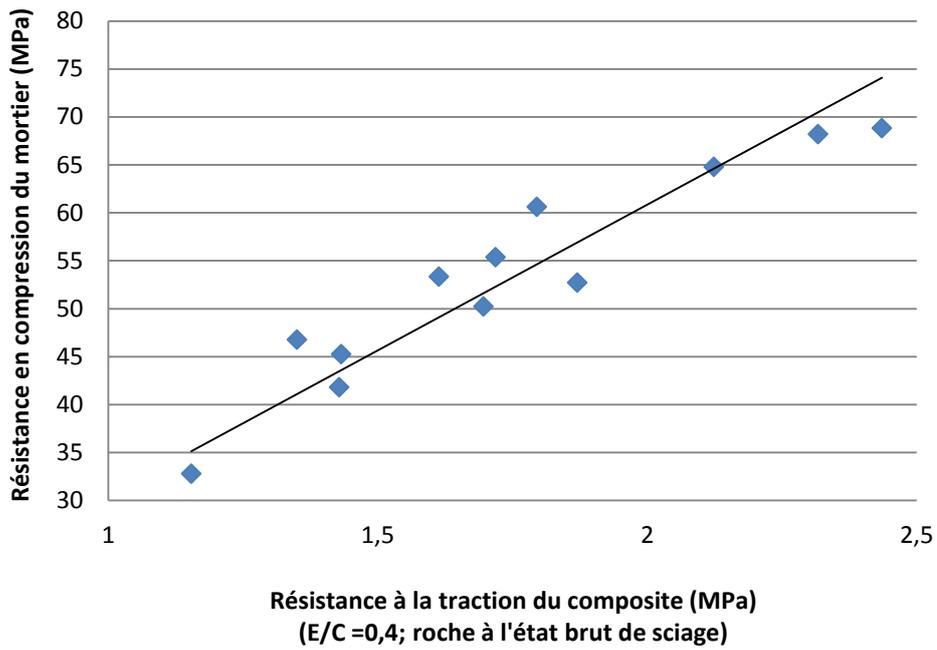


Figure III.25. Relation entre les résistances en traction des composites ($E/C = 0,4$; roche à l'état brut de sciage) avec les résistances en compression des mortiers

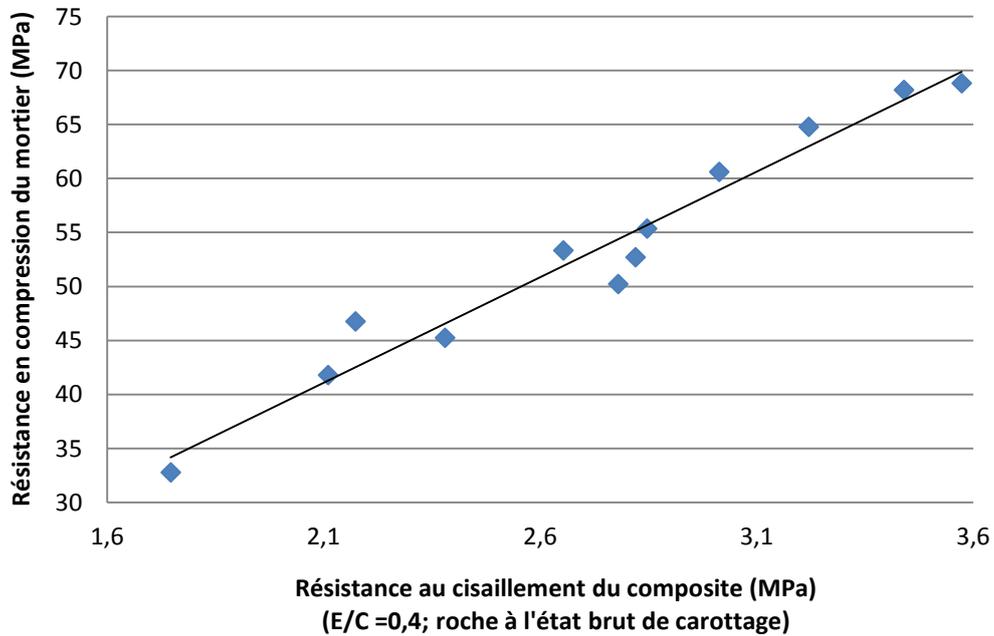


Figure III.26. Relation entre les résistances au cisaillement des composites ($E/C = 0,4$; roche à l'état brut de carottage) avec les résistances en compression des mortiers

La dépendance de la résistance en compression des mortiers aux résistances en traction et au cisaillement des composites a été également trouvée pour les composites de rapport $E/C=0,55$ (annexe 7 : Figure A7. 1-Figure A7. 2). Cependant, ces relations fonctionnent moins bien pour le rapport $E/C=0,55$ que pour le rapport $E/C=0,4$. Cela nous permet de dire que la pâte dans le mortier est plus proche de celle du composite de rapport $E/C=0,4$ que de celle du composite de rapport $E/C=0,55$. On verra ce point à la fin du chapitre IV.

Des relations existant entre la résistance mécanique de la liaison « roche-pâte de ciment » et celle des mortiers démontrent que la zone d'interphase joue un rôle essentiel dans le comportement mécanique des mortiers.

Dans le cas des roches à surface polie, on ne peut pas établir de relations entre les résistances des composites et celles des mortiers car l'effet du polissage de la surface des roches a réduit l'écart entre les résistances des composites. Ces dernières sont près l'une de l'autre à cause de la diminution de l'ancrage mécanique entre la roche et la pâte. Par contre, dans le cas des mortiers, l'ancrage mécanique entre les granulats et la pâte joue un rôle important dans l'adhésion « granulat-pâte de ciment » car les granulats sont à l'état rugueux.

III.6. Conclusion

Dans ce chapitre l'adhérence entre le granulat et la pâte de ciment a été étudiée en fonction des propriétés physiques des granulats.

- ❖ Au niveau macroscopique, on a trouvé que la résistance mécanique des mortiers dépend à la fois de la résistance et de la teneur en eau des granulats.
 - L'influence de la résistance des granulats sur la résistance mécanique du mortier est très significative lorsqu'on remplace des granulats de résistances très élevées par des granulats de résistances moyennes. Quel que soit l'état de saturation des granulats, le mortier fabriqué avec des granulats de résistances moyennes est beaucoup moins résistant que celui fabriqué avec des granulats de résistances très élevées. Cependant, la résistance des granulats n'affecte pas la résistance du mortier lorsqu'on utilise des granulats de résistances très élevées à l'état sec.

- Les résultats montrent que la résistance des mortiers fabriqués avec des granulats poreux et absorbants est fortement affectée par la teneur en eau des granulats. Pour les trois calcaires, plus la porosité et la capacité d'absorption des granulats sont importantes, plus l'influence de la saturation des granulats sur la résistance mécanique du mortier est significative.
- ❖ Au niveau mésoscopique, l'adhérence « roche-pâte de ciment » est affectée par plusieurs paramètres :
 - L'effet de la teneur en eau des roches affecte significativement les résistances mécaniques des composites. Il a été observé qu'avec un rapport E/C et une roche fixés, le remplacement d'une roche à l'état sec par une roche à l'état imbibé engendre une chute de résistance en traction et au cisaillement des composites.
 - L'adhérence « roche-pâte de ciment » dépend de la rugosité de la surface des roches. Les résistances mécaniques des composites diminuent significativement après polissage.
 - Les résistances mécaniques des composites dépend également de la résistance de la roche. Cependant, cet effet devient moins important en diminuant la rugosité des roches.
 - Quels que soient l'état de surface et la teneur en eau de la roche, la résistance au cisaillement semble proportionnelle à la résistance en traction. Ces résultats démontrent que les résistances mécaniques des liaisons « roche-pâte de ciment » sont pilotées par la qualité de la pâte de ciment dans la zone d'interphase.
- ❖ Il existe des relations entre les résistances mécaniques des composites et celles des mortiers. Ceci met en évidence le rôle important de l'interphase « granulat-pâte » sur le comportement mécanique du mortier.
- ❖ Les analyses sur des faciès de rupture des mortiers et des composites nous permettent de dire que la pâte de ciment dans la zone d'interphase est le maillon le plus faible de la liaison « granulat-pâte de ciment ». Pour comprendre mieux ce phénomène, il est nécessaire d'étudier la microstructure de la zone d'interphase. Les analyses de la zone d'interphase à l'échelle microstructurale seront présentées dans le chapitre IV.

CHAPITRE IV. Analyse microscopique de la zone d'interphase « granulats-pâte de ciment »

IV.1. Introduction.....	140
IV.2. Relation entre la porosité de la zone d'interphase et les propriétés mécaniques des mortiers	140
IV.2.1. Porosité moyenne de la zone d'interphase	140
IV.2.2. Relation entre la porosité de la zone d'interphase et les propriétés mécaniques des mortiers	146
IV.3. Gradients des propriétés de la zone d'interphase.....	150
IV.3.1. Gradient de porosité.....	150
IV.3.2. Calcul des gradients de rapport E/C initiaux et de degré d'hydratation	158
IV.3.3. Gradient de degré d'hydratation.....	162
IV.3.4. Gradient de rapport E/C initial	167
IV.4. Conclusion	171

IV.1. Introduction

Ce chapitre vise à étudier la microstructure de la zone d'interphase des mortiers dont les sables sont issus du concassage des quatre roches utilisées. Les mortiers fabriqués avec des granulats à l'état sec et à l'état sursaturé ont été analysés à l'âge de 7 et 28 jours par la méthode d'analyse d'images. Cette méthode a été présentée dans le chapitre II. Dans ce chapitre, on s'intéresse d'abord à l'évolution de la porosité moyenne de la zone d'interphase. Cette grandeur sera liée aux propriétés mécaniques des mortiers par la relation de Féret. Ensuite, on présente le gradient de porosité de la zone d'interphase. Ce gradient sera mis en relation avec d'autres gradients existant dans la zone d'interphase tels que le gradient de degré d'hydratation et celui de rapport E/C. Ces deux derniers seront calculés en appliquant le modèle de Powers. Les influences de l'âge, de la nature et du degré de saturation des matériaux sur ces gradients seront abordées.

IV.2. Relation entre la porosité de la zone d'interphase et les propriétés mécaniques des mortiers

Le lien entre la résistance en compression des bétons et la porosité est fondamental. Depuis une centaine d'année, plusieurs recherches ont montré que la porosité est un paramètre qui influence fortement la résistance. La relation de Féret est l'une des premières relations empiriques permettant de relier la porosité et la résistance mécanique des bétons (Féret 1892). Dans le cadre de ce paragraphe, on utilise cette relation pour relier la porosité de la zone d'interphase et la résistance en compression du mortier.

IV.2.1. Porosité moyenne de la zone d'interphase

La porosité de la zone d'interphase a été mesurée par la technique d'analyse d'images (voir le paragraphe II.7.5). L'ensemble des images a été acquis sur un même agrandissement permettant de distinguer les pores de dimensions supérieures à 0,27 μm . Par cette technique, on peut mesurer les mésopores existants dans l'interphase.

Avant de déterminer la porosité moyenne de la zone d'interphase, nous devons estimer d'abord l'épaisseur maximale de cette zone. Cette grandeur est de l'ordre de la moitié de la distance entre les plus gros grains voisins. Après avoir mesuré la distance entre les gros grains voisins (dimensions de 500 μm à 2 mm), on trouve que cette distance est de l'ordre

de 150 μm . C'est pourquoi la porosité a été mesurée dans une zone d'épaisseur de 80 μm autour du granulat. Cette zone a été divisée en tranches de 10 μm .

La figure IV.1 présente la répartition de la porosité dans les 80 premiers μm à partir de l'interface du granulat pour le mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours.

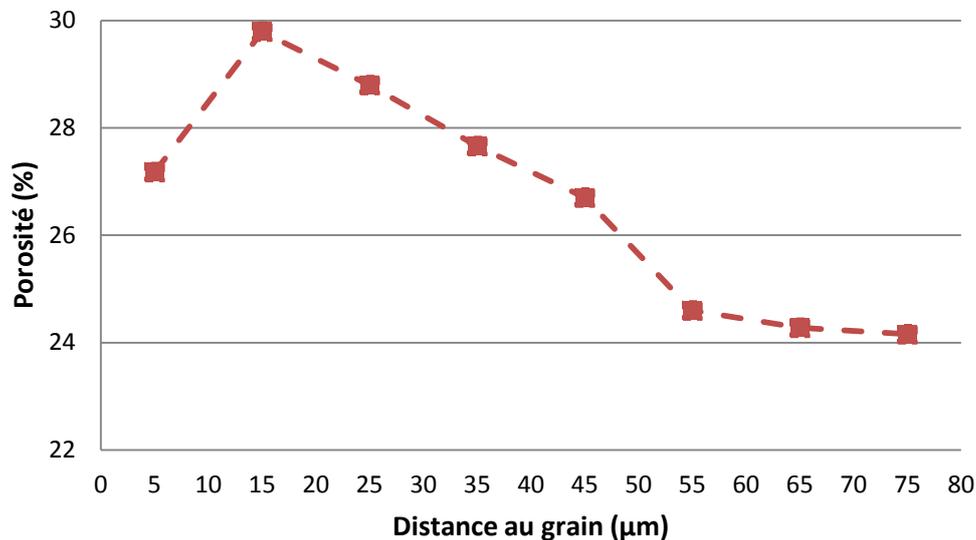


Figure IV.1. Répartition de la porosité dans les 80 premiers μm à partir de l'interface du calcaire beige (mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours)

On constate que la porosité dans les 60 premiers μm est différente de celle du reste de la pâte de ciment. Au-delà de cette distance, la variation de la porosité n'est plus significative. Cette tendance a été observée pour les autres mortiers, quels que soient l'état de la teneur en eau des granulats et l'échéance. Il a été observé que l'épaisseur maximale de la zone d'interphase ne dépasse pas 60 μm quels que soit le matériau et l'échéance. On a donc décidé de mesurer la porosité moyenne des 60 premiers μm adjacents à l'interface.

Par ailleurs, comme on l'a indiqué dans la partie méthodologie, les mortiers fabriqués sont très riches en sables. Le pourcentage volumique théorique de sables varie entre 55 et 63% (voir le paragraphe II.5.1). Or, certains auteurs ont montré que les interphases dans un mortier sont quasiment interconnectées lorsque la fraction volumique de sable atteint 60% (Bourdette et al. 1995; Schwartz et al. 1995; E J Garboczi & Bentz 1996). Par modélisation, E J Garboczi & Bentz (1996) ont calculé la fraction interconnectée des zones d'interphases entourant les granulats de mortiers. Cette fraction dépend de la fraction volumique de sable et de l'épaisseur de la zone d'interphase (Figure IV.2).

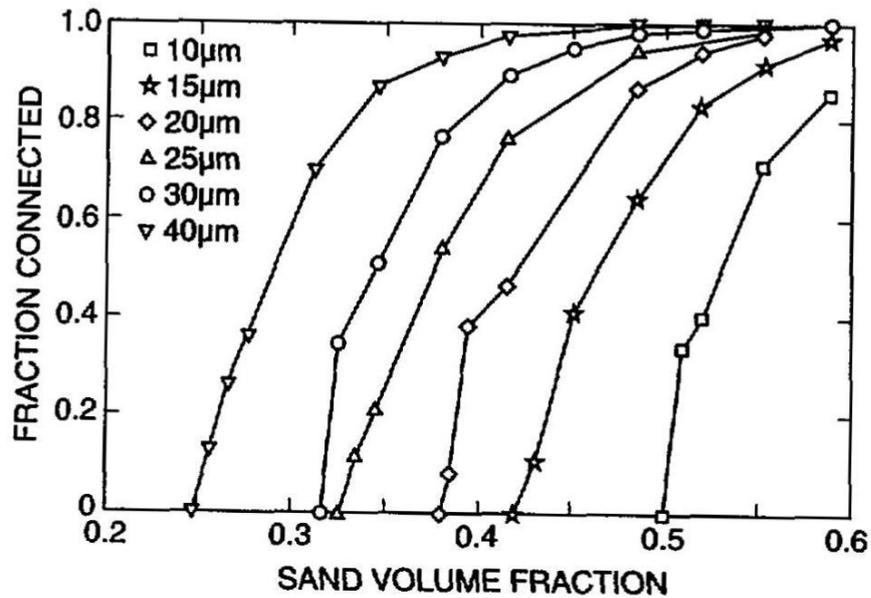


Figure IV.2. Fraction interconnectée des zones d'interphase dans des mortiers
(Garboczi & D P Bentz 1996)

Une approche similaire a été proposée par Bourdette et al. (1995). Ils ont supposé une épaisseur unique de la zone d'interphase de 30 µm. Leurs résultats montrent qu'avec un mortier dont la taille des granulats est de 0,16 à 2 mm et la proportion en volume de sable de 57%, la fraction interconnectée des zones d'interphases est proche de 100%. En plus, le volume commun entre les zones d'interphase occupe 20% de la zone d'interphase interconnectée. A partir des modèles proposés sur l'interconnexion des interphases, on peut en déduire que dans notre cas la zone d'interphase couvre quasiment tout le volume de pâte de ciment existant dans le mortier. C'est pourquoi la porosité moyenne de l'interphase représente pratiquement la porosité moyenne de la matrice cimentaire du mortier.

Les porosités moyennes de la zone d'interphase (0-60 µm au granulat) des mortiers pour les états initiaux secs et saturés des sables sont présentées figures IV.3-4-5-6.

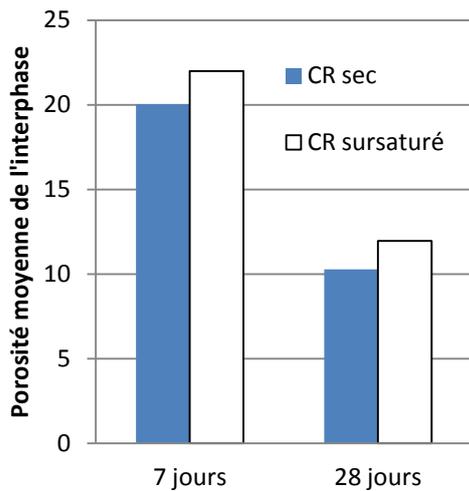


Figure IV.3. Porosité de la zone d'interphase des mortiers de calcaire rose

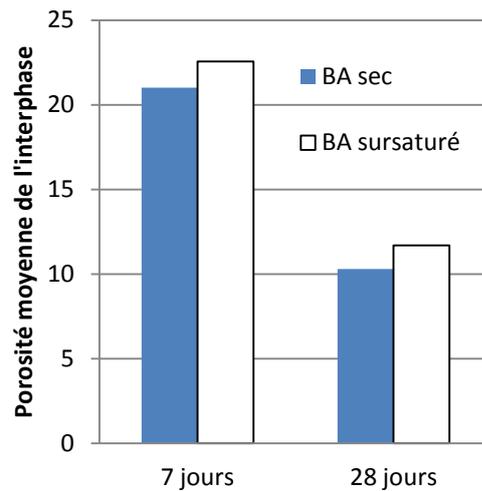


Figure IV.4. Porosité de la zone d'interphase des mortiers de basalte

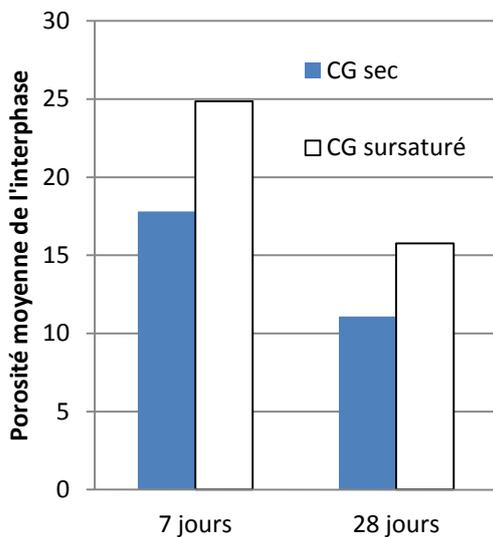


Figure IV.5. Porosité de la zone d'interphase des mortiers de calcaire gris

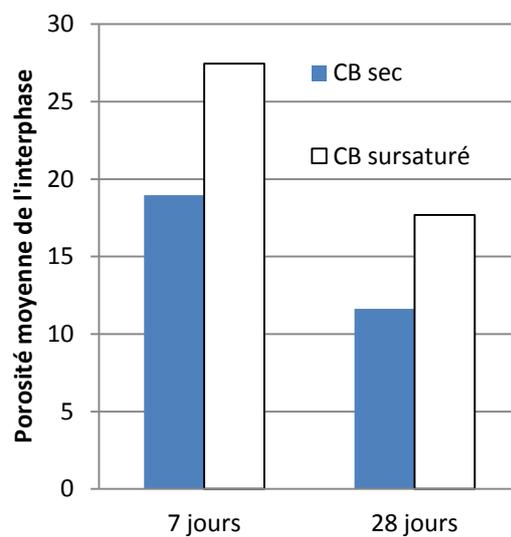


Figure IV.6. Porosité de la zone d'interphase des mortiers de calcaire beige

❖ Effet de l'âge

Pour un état de teneur en eau donné, la porosité moyenne de l'interphase du mortier de calcaire rose diminue lorsque la pâte de ciment durcit (Figure IV.3). Le passage de 7 à 28 jours entraîne une interphase plus dense dont le volume des pores passe de 20% à 10%. Visuellement, on constate que l'interphase à 28 jours est plus dense. Le volume des pores (couleur noire) est moins important (Figure IV.7).

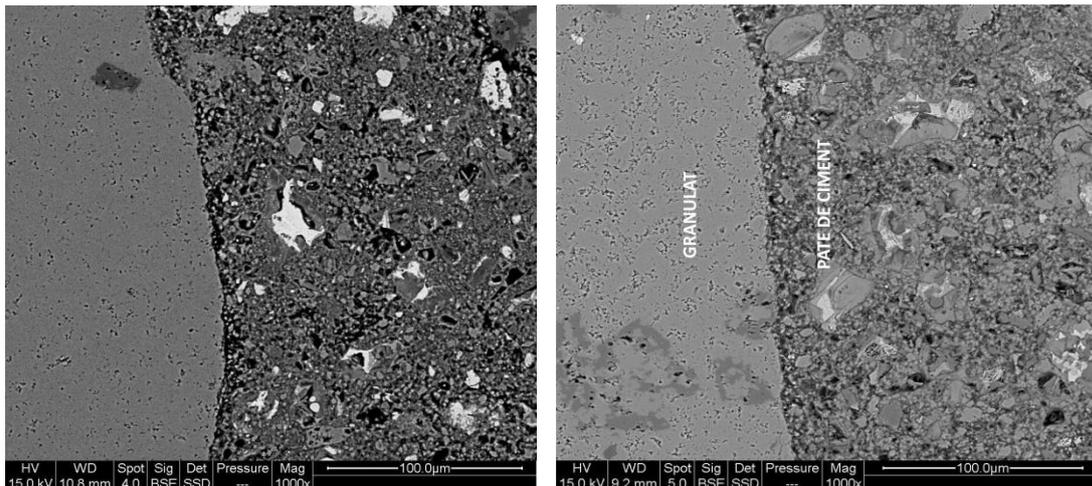


Figure IV.7. Zones d'interphase du mortier de calcaire rose à l'état sec à 7 jours (à gauche) et à 28 jours (à droite)

Une tendance similaire a été observée en utilisant les sables de ce calcaire à l'état sursaturé. Le volume des pores de l'interphase baisse de 22% à 12% en passant de 7 à 28 jours.

La réduction de la porosité dans l'interphase avec l'âge a été également observée pour les trois autres matériaux (Figure IV.4-Figure IV.5-Figure IV.6). A un état de teneur en eau donné, quel que soit le matériau, la porosité moyenne de l'interphase diminue en passant de 7 à 28 jours. En fait, l'évolution de porosité moyenne dans la zone d'interphase est liée à l'évolution de l'hydratation de la pâte de ciment. Plus le ciment s'hydrate, plus les pores capillaires seront remplis par les produits d'hydratation. Par cette technique d'analyse d'image, plusieurs auteurs ont confirmé que l'interphase devient plus dense avec l'âge des bétons (Par exemple, Pope & Jennings 1992; A Elsharief et al. 2003, Scrivener 2004; Cwirzen & Penttala 2005).

❖ Effet de la teneur en eau des granulats

En utilisant des granulats secs, nous n'avons pas trouvé de différence importante de la porosité moyenne de l'interphase entre les mortiers des 4 matériaux, quelle que soit l'échéance (Figure IV.8). Ces mortiers présentent un même niveau de porosité quel que soit l'âge de la pâte de ciment. A 7 jours, la porosité moyenne de l'interphase est d'environ 20%. Avec l'évolution de l'hydratation, les porosités moyennes diminuent jusqu'à environ 10% à 28 jours.

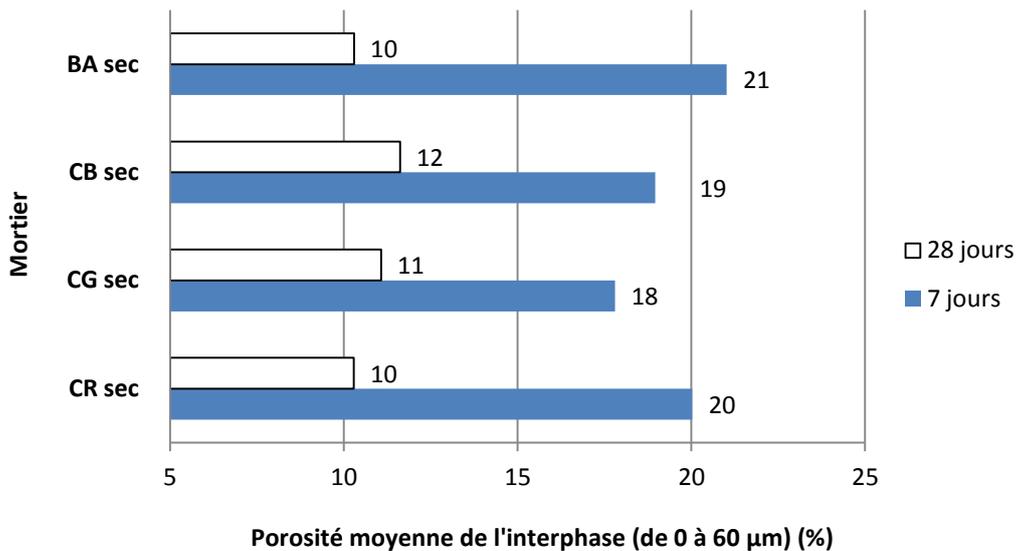


Figure IV.8. Porosité moyenne de la zone d'interphase des mortiers de granulats secs

Cependant, il a été observé une augmentation très importante de la porosité de l'interphase en remplaçant des granulats de calcaire beige et calcaire gris à l'état sec par ceux à l'état sursaturé (Figure IV.5-Figure IV.6). Ce sont des granulats poreux avec des coefficients d'absorption d'eau importants. Les coefficients d'absorption d'eau des sables de calcaire gris et de calcaire beige sont respectivement de 2,8 et 9,2% (Tableau II.10). La porosité ouverte du calcaire gris est d'environ 5% et celle du calcaire beige est d'environ 17% (Tableau II.1). On constate que pour le mortier de calcaire beige, quelle que soit l'échéance, l'interphase du mortier de granulats sursaturés est plus poreuse que celle du mortier de granulats secs. L'écart de porosité de l'interphase entre ces deux mortiers est de 8% à 7 jours et de 6% à 28 jours. Le mortier de calcaire gris présente également un effet significatif de la teneur en eau des granulats. L'écart de porosité de l'interphase entre le mortier fabriqué avec des granulats secs et celui fabriqué avec des granulats sursaturés est de 7% à 7 jours et de 5% à 28 jours.

D'autre part, on n'a pas trouvé une influence significative de la teneur en eau des granulats sur la porosité de l'interphase en utilisant des granulats de faible coefficient d'absorption d'eau comme le calcaire rose et le basalte (Figure IV.3-Figure IV.4). Leurs porosités ouvertes sont inférieures à 2% et leurs coefficients d'absorption d'eau sont inférieurs à 1% (Tableau II.1-Tableau II.10). A un âge donné, les interphases des mortiers de calcaire rose à l'état sursaturé et à l'état sec sont très proches l'une de l'autre. L'écart de porosité de l'interphase entre ces deux mortiers est faible (de l'ordre de 2%). Cette tendance a été

également observée pour le mortier de basalte. Par rapport aux mortiers de calcaire gris et de calcaire beige, cet écart est 3 à 4 fois moins important.

IV.2.2. Relation entre la porosité de la zone d'interphase et les propriétés mécaniques des mortiers

L'analyse de la porosité moyenne de l'interphase et de la résistance en compression des mortiers montre que pour un matériau donné, la porosité de l'interphase diminue et la résistance en compression augmente avec l'âge. D'autre part, lorsqu'on utilise des granulats de calcaire gris et de calcaire beige à l'état sursaturé, la porosité de l'interphase augmente et la résistance en compression diminue significativement quelle que soit l'échéance.

Pour prévoir la résistance en compression en fonction de la porosité moyenne de la zone d'interphase, nous utiliserons ici la relation développée initialement par Féret (Féret 1892). Il s'agit d'une fonction expérimentale reliant la résistance en compression du béton à la porosité du béton et à la nature des granulats. Cette relation peut s'exprimer de la manière suivante:

$$\sigma_c = k \cdot (1 - F_p)^2$$

Où :

F_p : la porosité du béton

σ_c : la résistance en compression du béton

k : le coefficient dépendant du type de granulats utilisés.

Dans notre cas, F_p est considérée comme la porosité moyenne de l'interphase et σ_c est la résistance en compression du mortier à un âge donné.

Sachant que la relation de Féret dépend de la résistance des granulats utilisés, la relation de Féret sera appliquée à deux familles de mortiers:

- La première famille contient des mortiers de granulats à résistances très élevées. Ce sont les mortiers de calcaire rose, de calcaire gris et de basalte. La résistance en compression de ces trois roches varie entre 160 à 250 MPa (Tableau II.4).
- La deuxième famille contient des mortiers de granulats à résistance moyenne. Ce sont les mortiers de calcaire beige. La résistance en compression de ce calcaire varie entre 50 à 65 MPa (Tableau II.4).

Par la suite le coefficient k est calculé par la méthode des moindres carrés grâce à la mise en relation entre 2 grandeurs expérimentales: σ_c et $(1 - F_p)^2$ mesurées à 7 jours et 28 jours. La relation de Féret est donc présentée par les formules suivantes :

- Pour les mortiers de calcaire rose, calcaire gris, basalte :

$$\sigma_c = 83.(1 - F_p)^2$$

- Pour le calcaire beige

$$\sigma_c = 67. (1 - F_p)^2$$

La relation entre la porosité de la zone d'interphase et la résistance en compression des mortiers selon la relation de Féret est présentée figure IV.9. Les deux courbes tracées sur cette figure présentent la relation « résistance en compression et porosité de la zone d'interphase ». Ces courbes calculées selon la relation de Féret montrent une très bonne concordance entre les résultats expérimentaux et les calculs empiriques. Tous les points mesurés sont très proches de la courbe théorique correspondante.

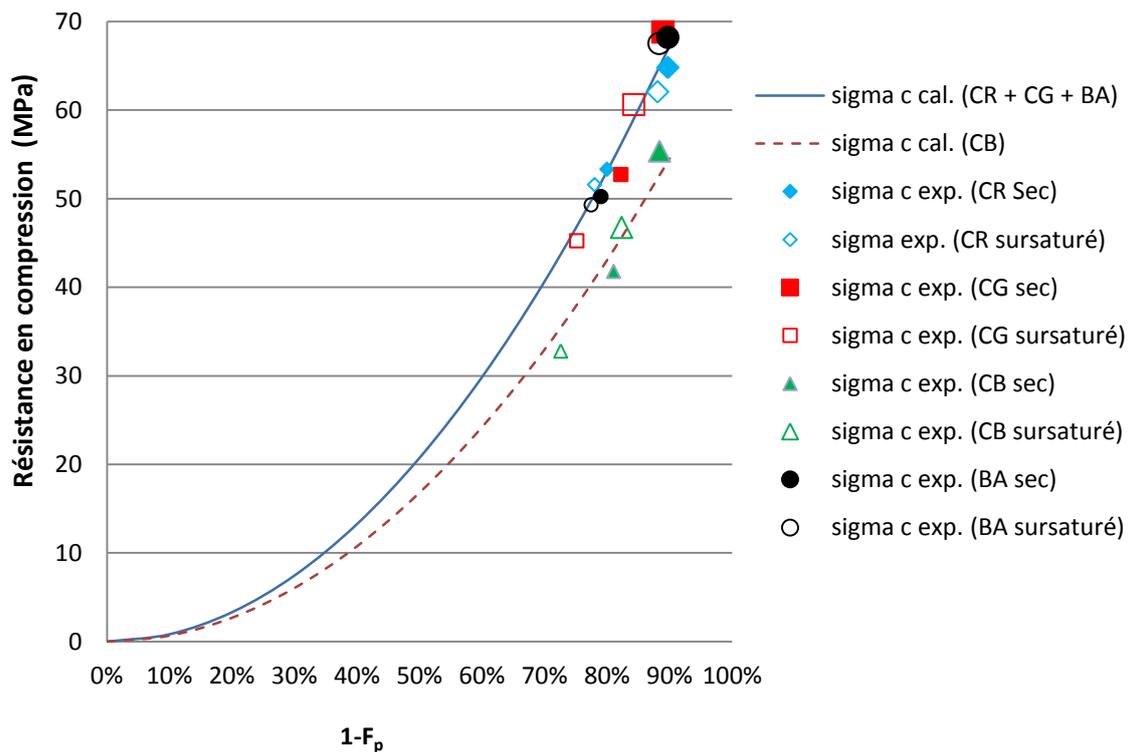


Figure IV.9. Relation entre la porosité moyenne de la zone d'interphase et la résistance en compression des mortiers (petits symboles: 7jours; grands symboles: 28 jours)

La vérification expérimentale de la relation de Féret a été effectuée par regroupement de l'ensemble des mesures effectuées et des valeurs calculées (Figure IV.10-Figure IV.11). On

constate que les valeurs des résistances à la compression calculées par la relation de Féret sont très proches de celles effectivement mesurées, avec une erreur moyenne (en valeur absolue) de l'ordre de 2 MPa.

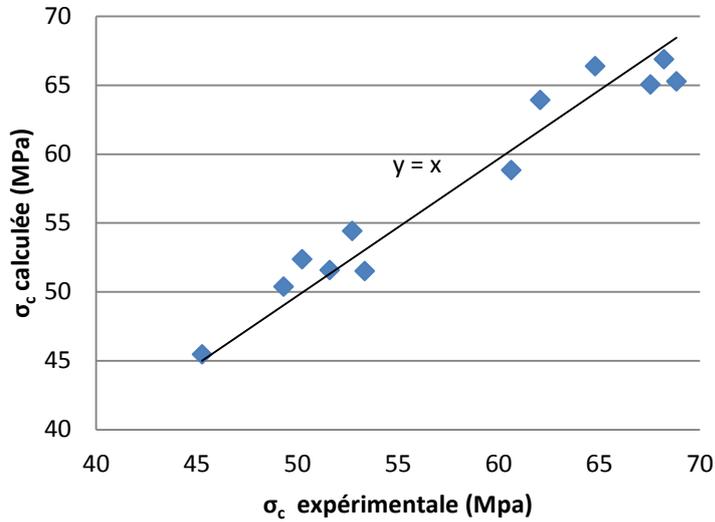


Figure IV.10. Vérification expérimentale de la relation de Féret dans le cas des mortiers de calcaire rose, de calcaire gris et de basalte

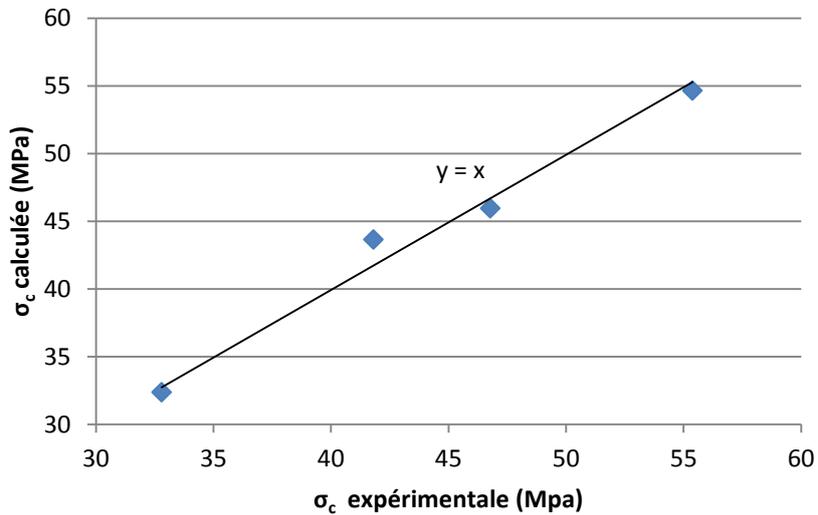


Figure IV.11. Vérification expérimentale de la relation de Féret dans le cas des mortiers de calcaire beige

Les approches empiriques établies par la relation de Féret montrent que :

- ❖ La résistance en compression du mortier est liée directement à la porosité moyenne de la zone d'interphase. Pour un matériau donné, plus la porosité moyenne de l'interphase diminue, plus la résistance en compression du mortier augmente.
- ❖ La relation de Féret démontre l'importance de la résistance des granulats. On trouve 2 courbes de résistance : les trois matériaux de résistances très élevées : le calcaire rose, le calcaire gris et le basalte présentent un même coefficient $k = 83$ alors que le coefficient du calcaire beige est plus faible ($k = 67$). Cette différence est due à la faible résistance du calcaire beige par rapport aux trois autres matériaux. En fait, la résistance en compression du calcaire beige est comprise entre 50 et 65 MPa, ce qui correspond à 30-40% de celle des trois autres roches. Comme on l'a présenté sur la figure IV.8, en utilisant des sables à l'état sec, la porosité de l'interphase du mortier de calcaire beige est équivalente à celles des trois autres. Toutefois, ce mortier est toujours moins résistant que les trois autres. L'écart de résistance en compression est de l'ordre de 10 MPa (Figure IV.9). Ces résultats indiquent que la résistance du mortier dépend non seulement de la porosité de la zone d'interphase mais aussi de la résistance mécanique des granulats.
- ❖ Dans le cas des granulats très résistants (de 160 à 250 MPa) comme le calcaire rose, le calcaire gris, le basalte, les mortiers de ces granulats présentent des résistances en compression équivalentes lorsque leurs interphases sont de même niveau de porosité moyenne. En utilisant des granulats à l'état sec, les porosités moyennes des interphases se rapprochent l'une de l'autre à un âge donné. Elles sont de l'ordre de 20% à 7 jours (Figure IV.8). Par conséquent, les résistances en compression de ces mortiers sont équivalentes et varient autour de 50 MPa (Figure IV.9). Avec le durcissement de la pâte de ciment, les porosités moyennes baissent de 10% en passant de 7 à 28 jours (Figure IV.8). Cette réduction permet de gagner environ 10 à 15 MPa. Les résistances en compression de ces mortiers restent équivalentes et varient autour de 65 MPa (Figure IV.9).
- ❖ La relation de Féret nous montre que l'effet de la teneur en eau des granulats influe significativement sur les propriétés mécaniques et microstructurales des mortiers lorsqu'on utilise des granulats poreux à coefficients d'absorption d'eau élevés comme le calcaire gris et le calcaire beige. La sursaturation de ces granulats entraîne une

augmentation de la porosité de l'interphase et, par conséquent, une chute de la résistance du mortier. Il a été observé que les mortiers de ces granulats à l'état sursaturé à 7 et 28 jours présentent une zone d'interphase plus poreuse de 5 à 10% que ceux de granulats à l'état sec (Figure IV.8). Cet écart conduit à une chute d'environ 10 MPa (Figure IV.9). Par contre, il y a peu d'influence de la teneur en eau des granulats sur les propriétés mécaniques et microstructurales des mortiers lorsqu'on utilise des granulats peu poreux et de faibles coefficients d'absorptions d'eau comme le calcaire rose et le basalte. Les mortiers de ces granulats à l'état sec et ceux à l'état sursaturé présentent un même niveau de porosité moyenne de la zone d'interphase. Par conséquent, leurs résistances en compression sont équivalentes (Figure IV.9).

- ❖ Bien que la technique d'analyse d'image sous-estime la porosité totale de la zone d'interphase (seule la mésoporosité est mesurée), les résultats obtenus montrent que la résistance du mortier dépend principalement de la porosité capillaire de l'interphase et de la résistance du granulat. La relation de Féret s'applique bien en termes de porosité moyenne à ces mortiers à base de pâte à gradients de porosité.

IV.3. Gradients des propriétés de la zone d'interphase

Pour mieux comprendre l'évolution de la porosité de la zone d'interphase et l'effet du degré de saturation des granulats sur les propriétés microstructurales des mortiers, nous allons étudier les gradients de porosité, de degré d'hydratation et de rapport E/C initial dans la zone d'interphase.

IV.3.1. Gradient de porosité

Les gradients de porosité ont été mesurés par tranche de 10 μm à partir de l'interface conformément au protocole décrit au chapitre II (paragraphe II.7.5). Les figures IV.12-13-14-15 présentent ces gradients de porosité à 7 et 28 jours par type de roche.

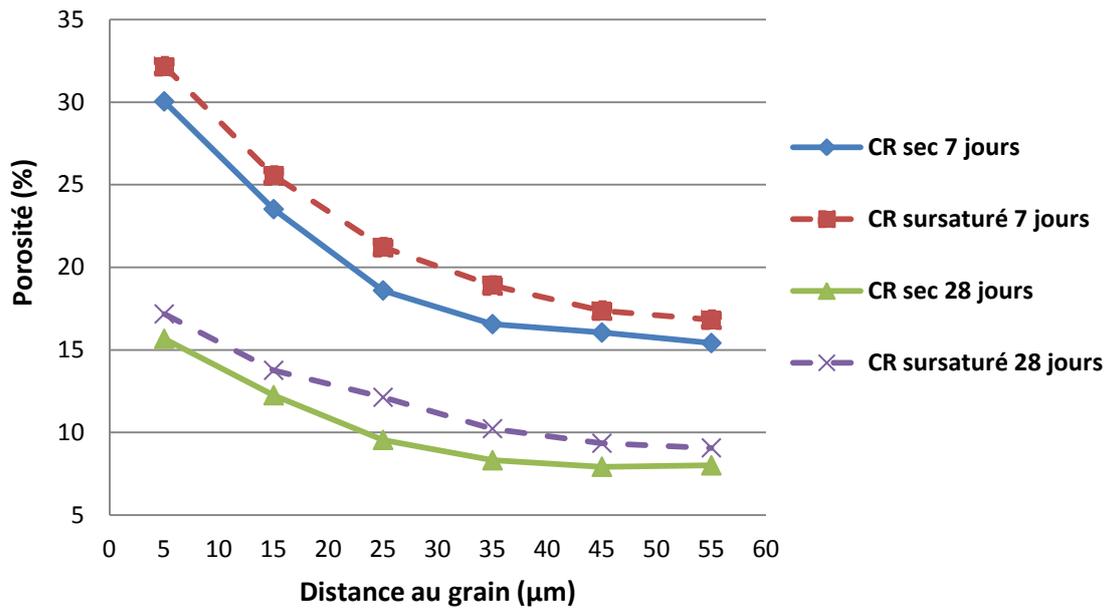


Figure IV.12. Gradients de porosité de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose à 7 et 28 jours.

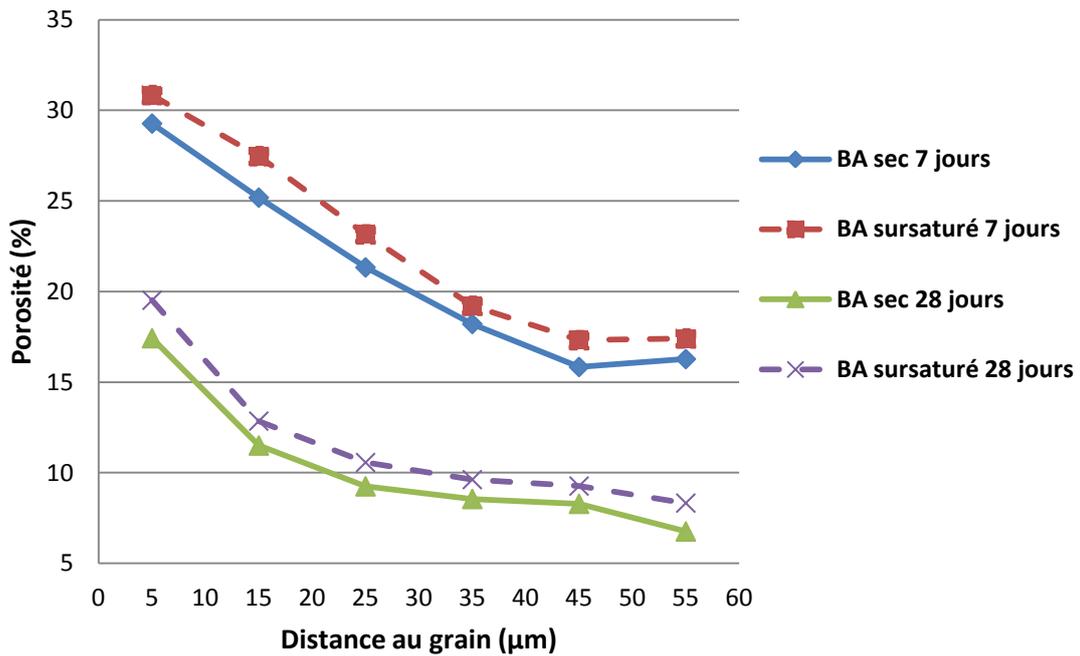


Figure IV.13. Gradients de porosité de la zone d'interphase du mortier de basalte à 7 et 28 jours.

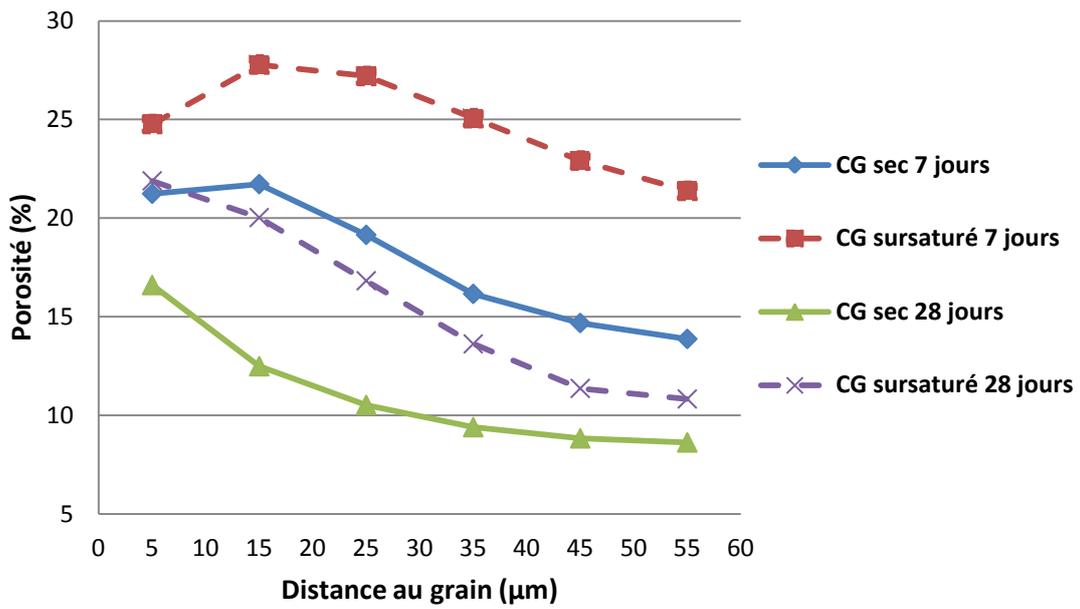


Figure IV.14. Gradients de porosité de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris à 7 et 28 jours.

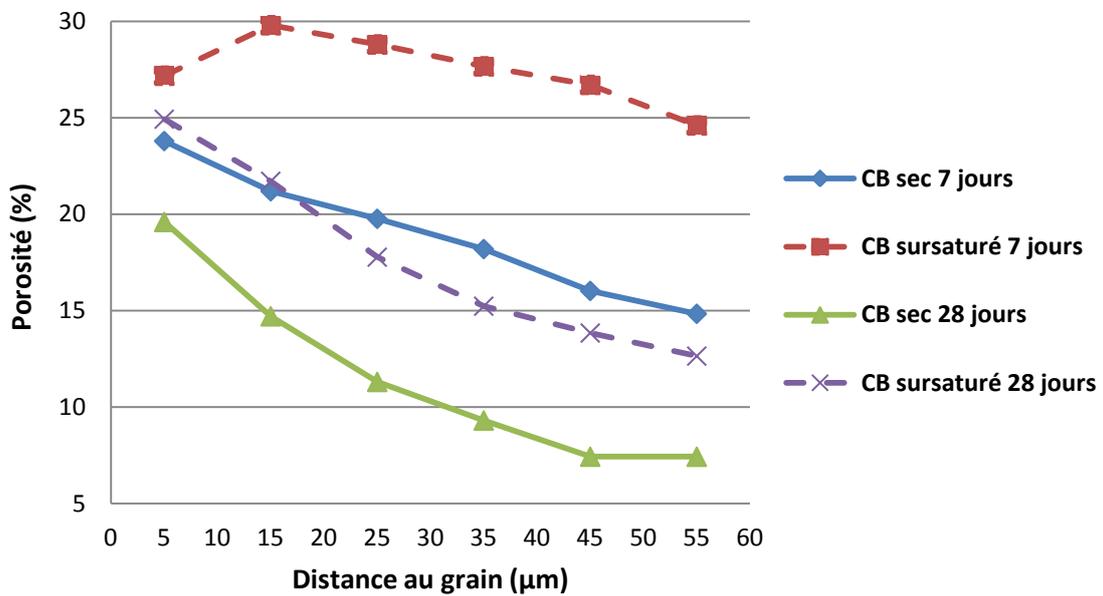


Figure IV.15. Gradients de porosité de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige à 7 et 28 jours.

❖ **Granulats peu poreux et peu absorbants**

Comme présenté dans la figure IV.12, les mortiers de calcaire rose à 7 jours démontrent un gradient de porosité marqué et ceci quelle que soit la teneur en eau des granulats. La porosité est maximale dans les 10 premiers μm adjacents à l'interface. On constate un écart important de porosité entre le cœur de la pâte de ciment et ces premiers 10 μm adjacents à l'interface. Cet écart est de l'ordre de 15 % lorsqu'on passe de la zone près du granulat à la pâte de ciment. Avec le durcissement de la pâte de ciment, la porosité de la zone d'interphase se réduit. L'écart moyen entre les gradients à 7 jours et à 28 jours est de l'ordre de 10 %. Il existe toujours un gradient de porosité lorsqu'on s'approche du granulat. La porosité est toujours la plus élevée dans les 10 premiers μm adjacents à l'interface et diminue progressivement en s'éloignant de l'interface. Cependant, ce gradient devient moins significatif par rapport à 7 jours. L'écart de porosité entre les 10 premiers μm adjacents de l'interface et le reste de la pâte de ciment passe de 15 % à 7 jours à 5 % à 28 jours.

Les gradients de porosité du mortier de granulats secs et celui du mortier de granulats sursaturés sont quasiment confondus que ce soit à 7 jours ou 28 jours. Il a été observé un écart de l'ordre de 2 % dans la zone des 40 μm adjacente à l'interface à savoir que le mortier de granulat sursaturé est légèrement plus poreux.

La mesure des gradients de porosité du mortier de basalte nous montre une tendance similaire à ce que l'on a observé sur le mortier de calcaire rose (Figure IV.13). En particulier, il a été également observé que le gradient du mortier de granulats secs et celui du mortier de granulats sursaturés sont encore quasi identiques avec une porosité légèrement plus élevée pour le mortier de granulats sursaturés.

L'ensemble de ces résultats montrent que dans le cas des granulats à faible coefficient d'absorption d'eau, tels que le calcaire rose et le basalte, l'influence de la teneur en eau initiale des granulats sur le gradient de porosité de l'interphase n'est pas significative. Les pâtes de ces mortiers semblent identiques en termes de porosité ce qui est conforme avec le fait que l'on visait un rapport E_{eff}/C équivalent.

❖ **Granulats poreux et absorbants**

L'analyse d'images des mortiers de calcaire beige et calcaire gris nous montre également un gradient de porosité significatif au voisinage de l'interface.

Il a été remarqué que les interphases des mortiers de granulats poreux et absorbants sont plus grandes que celles des mortiers peu poreux et peu absorbants. La porosité de l'interphase dans le cas du calcaire rose et du basalte se stabilise à partir d'une distance de 40-50 μm au grain (Figure IV.12-Figure IV.13), alors que celle du calcaire gris et du calcaire beige se stabilise à partir d'une distance de 50-60 μm au grain (Figure IV.14-Figure IV.15).

Par contre, on trouve que la teneur en eau initiale des granulats influence fortement le gradient de porosité dans la zone d'interphase de ces deux mortiers. L'écart entre les deux gradients est de l'ordre de 10 % à 7 jours et de 5 % à 28 jours (Figure IV.14-Figure IV.15). La porosité se rapproche de celle du reste de la pâte de ciment au-delà de 45 μm , toutefois, à cette distance, il existe toujours un écart important du gradient de porosité entre les matériaux secs et sursaturés. Ces résultats montrent que pour des calcaires poreux et absorbant, la pâte de ciment et la zone d'interphase des mortiers de granulats secs et de granulats sursaturés ne sont pas équivalentes alors qu'initialement on visait le même rapport E_{eff}/C pour ces pâtes.

D'autre part, on constate que la première bande de 10 μm adjacente à l'interface ne se présente pas toujours comme la zone la plus poreuse de l'interphase notamment à 7 jours et plutôt pour le mortier de granulat sursaturé. L'observation au MEB a montré que la première bande de 10 μm adjacente à l'interface est très hétérogène. Il existe à la fois des zones très poreuses et des zones très denses au niveau de mésopores dans cette bande (Figure IV.16).

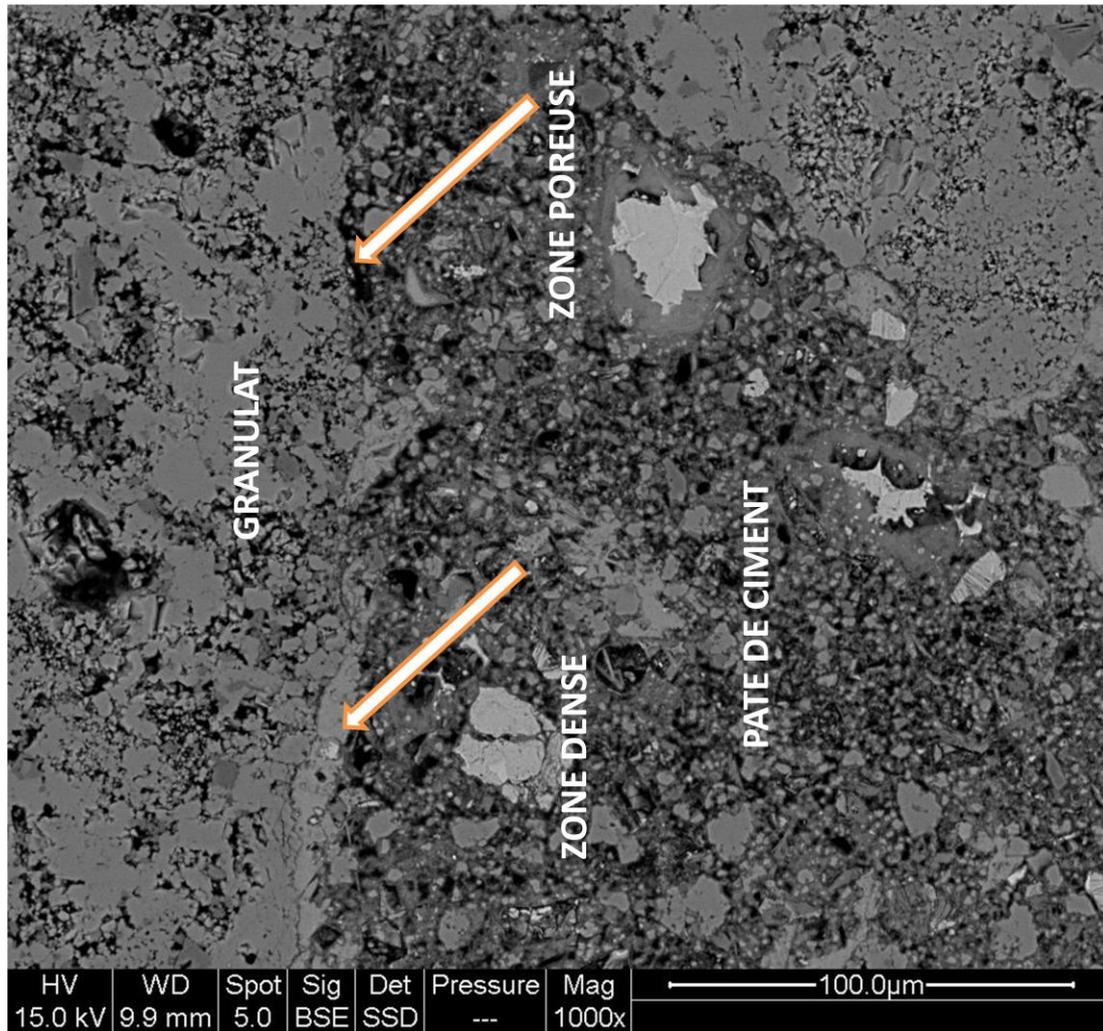


Figure IV.16. Hétérogénéité de la zone adjacente au granulat (mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours)

En choisissant au hasard 30 images du mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à l'âge de 7 jours on trouve que la fraction volumique de porosité mesurée dans la première bande de 10 µm adjacente à l'interface varie largement de 15 à 37 %. La deuxième bande de 10 µm présente une porosité qui varie entre 26 et 33 % (Figure IV.17). Cette tendance a été également observée pour le mortier de calcaire gris à l'état sursaturé. Ceci démontre que la zone la plus hétérogène se trouve dans les 10 premiers µm adjacentes à l'interface. Ce phénomène est attribué au phénomène de transport d'hydrates et surtout de portlandite.

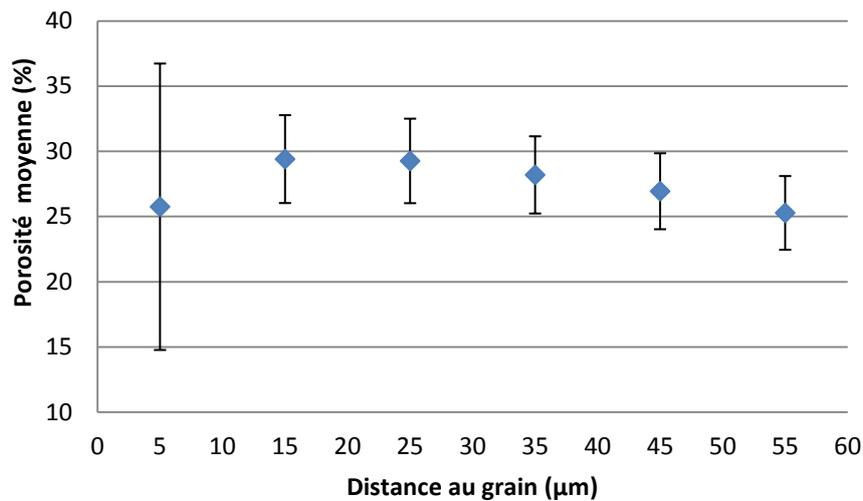


Figure IV.17. Porosité moyenne avec l'écart-type des 30 images du mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à l'âge de 7 jours

❖ Phénomène de transport de portlandite

Dans la littérature, plusieurs auteurs ont montré que la porosité dans les premiers μm adjacents à l'interface est très variable due à la distribution irrégulière des couches de portlandite dans cette zone. Ces couches sont très compactes au niveau de la mésoporosité (par exemple, Pope & Jennings 1992; Crumbie 1994; S. Diamond & J. D. Huang 1998; S. Diamond 2004; Scrivener 2004). D'après eux, la zone perturbée par le transport de portlandite s'étend jusqu'à une distance d'une dizaine μm à partir de l'interface. Néanmoins, la répartition en portlandite devient moins variable lorsqu'on s'éloigne de la surface des granulats.

En accord avec ces auteurs, nous avons trouvé des zones adjacentes de granulats qui sont très riches en portlandite par observation au MEB et par analyses élémentaires EDS. Les couches irrégulières de portlandite apparaissent tout près de la surface des granulats. L'épaisseur de la couche est de l'ordre de $10 \mu\text{m}$ (Figure IV.18).

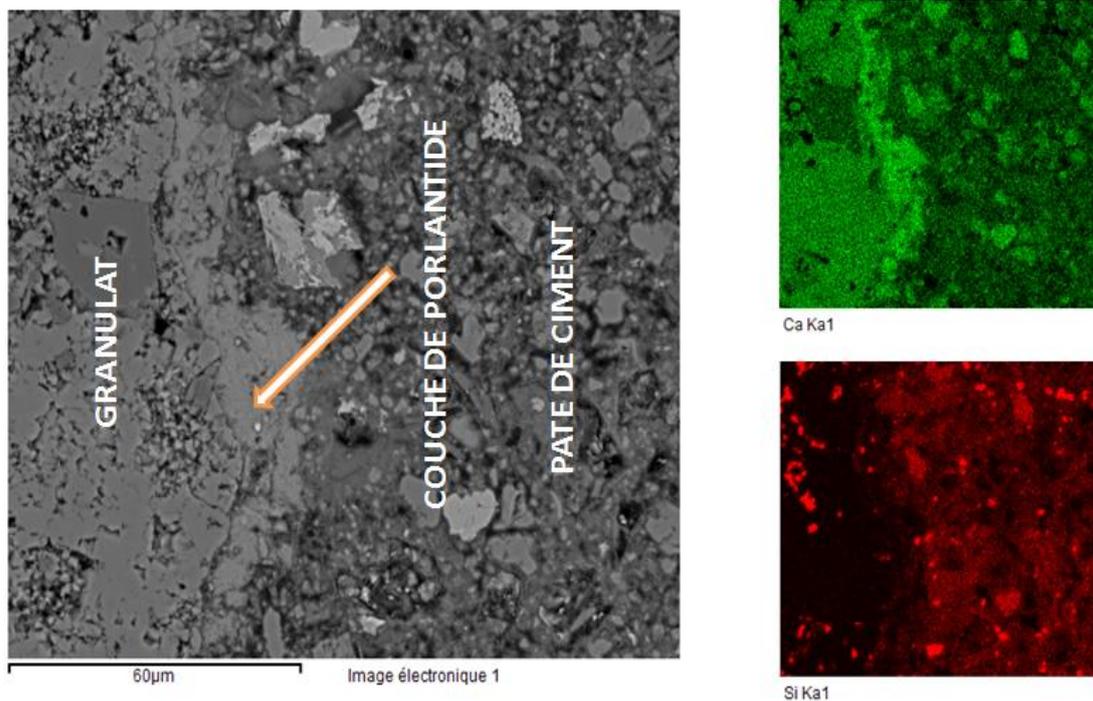


Figure IV.18. Zone riche en portlandite avec les cartographies X de Ca et de Si

(Mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours)

Le transport de portlandite au voisinage du granulat a été confirmé par mesure du gradient de Ca/Si. On trouve une augmentation très importante du rapport Ca/Si en s'approchant des 10 premiers μm de l'interface (Figure IV.19). Cela démontre clairement que le transport d'ions calcium vers la surface des granulats est très significatif dans les premiers 10 μm de l'interface. Au-delà de cette bande, le rapport Ca/Si diminue pour atteindre une valeur proche de 3 caractéristique d'une pâte de ciment CEM I. On en déduit que le transport d'hydrates est négligeable au-delà de 10 μm à partir de l'interface.

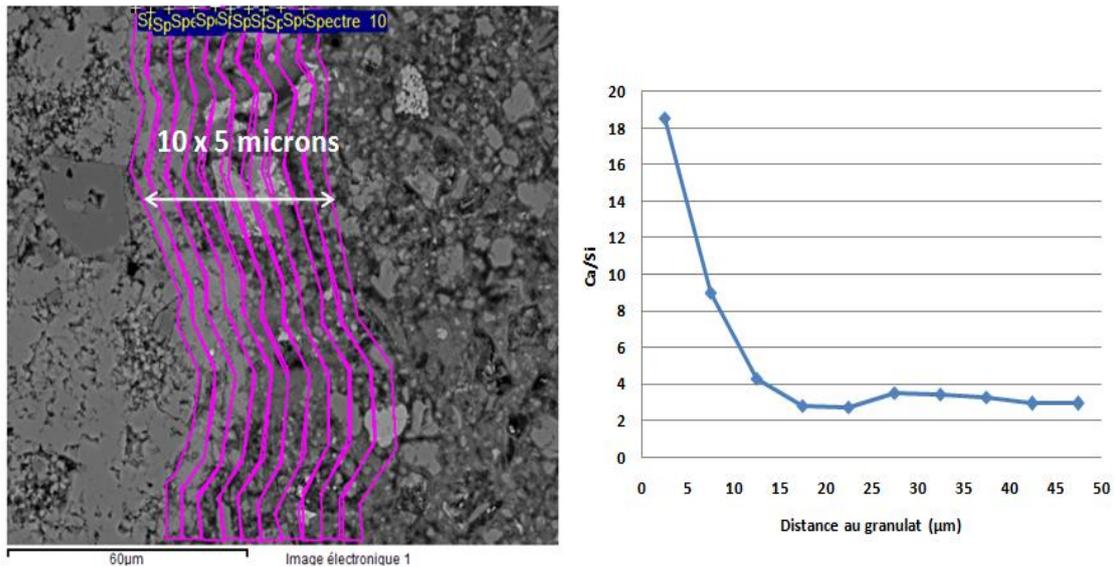


Figure IV.19. Gradient Ca/Si dans les premiers 50 µm adjacents au granulat (Mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours)

IV.3.2. Calcul des gradients de rapport E/C initiaux et de degré d'hydratation

Pour calculer les gradients de ces grandeurs, il nous faut appliquer un modèle d'hydratation. Le modèle de Powers (Powers & Brownyard 1946) a été choisi car il est particulièrement efficace pour simuler l'hydratation du ciment Portland de type I. Ce modèle propose une description quantitative des différents constituants d'une pâte de ciment hydratée totalement saturée en eau que sont :

- Le ciment non hydraté.
- L'eau libre correspond à l'eau de gâchage qui n'a pas réagi et à l'eau qui a saturé les pores induits par la contraction le Chatelier. Cette eau peut occuper :
 - des volumes capillaires vestiges des espaces intergranulaires initiaux.
 - des volumes du réseau d'hydrates qui constituent la porosité du réseau d'hydrate.
 - des volumes induits par la contraction le Chatelier.
- Le réseau d'hydrate.

Sur la base du bilan volumique de la pâte critique, un bilan volumique pour la réaction d'hydratation a été proposé :

$$\begin{aligned}
 & (1 + 0,169*d_{\text{ciment}}) \text{ cm}^3 \text{ d'hydrate} \\
 1 \text{ cm}^3 \text{ de ciment} + (0,38*d_{\text{ciment}}) \text{ cm}^3 \text{ d'eau} & \rightarrow (0,153*d_{\text{ciment}}) \text{ cm}^3 \text{ de pores d'hydrate} \\
 & (0,058*d_{\text{ciment}}) \text{ cm}^3 \text{ de vide Le Chatelier}
 \end{aligned}$$

Avec :

La densité du ciment d_{ciment} est définie comme le rapport entre la masse volumique absolue du ciment portland et celle de l'eau. Si l'on prend la valeur de masse volumique absolue du ciment portland de type I $\rho_{\text{ciment}} = 3,14 \text{ g/cm}^3$ (Tableau II.12), on obtient :

$$d_{\text{ciment}} = \frac{\rho_{\text{ciment}}}{\rho_{\text{eau}}} = \frac{3,14}{1} = 3,14$$

On peut alors calculer les fractions volumiques des différents constituants de la pâte de critique :

$$\begin{aligned}
 F_v^{\text{crit}}(\text{hydrates}) &= \frac{(1 + 0,169*d_{\text{ciment}})}{(1 + 0,38*d_{\text{ciment}})} \\
 F_v^{\text{crit}}(\text{pores d'hydrates}) &= \frac{(0,153*d_{\text{ciment}})}{(1 + 0,38*d_{\text{ciment}})} \quad (1) \\
 F_v^t(\text{vides le Chatelier}) &= \frac{(0,058*d_{\text{ciment}})}{(1 + 0,38*d_{\text{ciment}})}
 \end{aligned}$$

Il est alors possible d'écrire, grâce à l'équation 1, les fractions volumiques des différents constituants de la pâte de ciment hydratée en fonction du degré d'hydratation α , du rapport

$\frac{E}{C}$ de la pâte et de la densité du ciment d_{ciment} :

$$\begin{aligned}
 F_v^t(\text{hydrates}) &= \frac{(1 + 0,169 * d_{\text{ciment}}) * \alpha}{(1 + \frac{E}{C} * d_{\text{ciment}})} \\
 F_v^t(\text{pores d'hydrates}) &= \frac{(0,153 * d_{\text{ciment}}) * \alpha}{(1 + \frac{E}{C} * d_{\text{ciment}})} \\
 F_v^t(\text{vides le Chatelier}) &= \frac{(0,058 * d_{\text{ciment}}) * \alpha}{(1 + \frac{E}{C} * d_{\text{ciment}})} \quad (2) \\
 F_v^t(\text{ciment}) &= \frac{1 - \alpha}{(1 + \frac{E}{C} * d_{\text{ciment}})} \\
 F_v^t(\text{capillaires}) &= \frac{(\frac{E}{C} - 0,38 * \alpha) * d_{\text{ciment}}}{(1 + \frac{E}{C} * d_{\text{ciment}})}
 \end{aligned}$$

Avec :

Le degré d'hydratation « α » est défini comme le rapport entre la quantité de ciment qui a réagi sur la quantité de ciment initial.

$$\alpha(t) = \frac{C - C(t)}{C} = \frac{V_c^{\text{ini}} - V_c(t)}{V_c^{\text{ini}}}$$

Où :

C et V_c^{ini} représentent respectivement les masse et volume de ciment initiaux.

$C(t)$ et $V_c(t)$ représentent respectivement les masses et volumes de ciment qui n'ont pas réagi à l'instant t .

D'autre part, grâce à la technique d'analyses d'images, on peut mesurer les fractions volumiques des différents constituants de la pâte :

- La fraction volumique des hydrates $F(\text{hydrates})$ comprend le réseau d'hydrate ainsi que sa porosité :

$$F(\text{hydrates}) = F_v^t(\text{hydrates}) + F_v^t(\text{pores d'hydrates}) \quad (3)$$

- La fraction volumique des mésopores $F(\text{pores})$ comprend les pores capillaires et les vides le Chatelier :

$$F(\text{pores}) = F_v^t(\text{capillaires}) + F_v^t(\text{vides le Chatellier}) \quad (4)$$

- La fraction volumique du ciment non hydraté $F(\text{anhydres})$:

$$F(\text{anhydres}) = F_v^t(\text{ciment}) \quad (5)$$

On peut alors calculer le degré d'hydratation et le rapport E/C du départ à partir des équations 1-2-3-4-5 :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{F(\text{hydrates})}{F(\text{anhydres})} = \frac{F_v^t(\text{hydrates}) + F_v^t(\text{pores d'hydrates})}{F_v^t(\text{ciment})} = \frac{(1 + 0,322 * d_{\text{ciment}}) * \alpha}{1 - \alpha} \\ \frac{F(\text{pores})}{F(\text{anhydres})} = \frac{F_v^t(\text{capillaires}) + F_v^t(\text{vides le Chatellier})}{F_v^t(\text{ciment})} = \frac{(\frac{E}{C} - 0,322 * \alpha) * d_{\text{ciment}}}{1 - \alpha} \end{array} \right.$$

On obtient alors:

$$\left\{ \begin{array}{l} \alpha = \frac{A}{1 + A + 0,322d_{\text{ciment}}} \\ \frac{E}{C} = \frac{1}{d_{\text{ciment}}} \left[A + B - (1 + A + B) \frac{A}{1 + A + 0,322d_{\text{ciment}}} \right] \end{array} \right.$$

$$\text{avec : } \left\{ \begin{array}{l} A = \frac{F(\text{hydrates})}{F(\text{anhydres})} \\ B = \frac{F(\text{pores})}{F(\text{anhydres})} \end{array} \right.$$

❖ Zone d'application du modèle de Powers

Comme on l'a présenté dans le chapitre I (voir le paragraphe I.3.4), l'un des mécanismes de la formation de la zone d'interphase est le transport d'hydrates. Ce phénomène conduit à une redistribution d'hydrates au voisinage de l'interphase dont un film irrégulier de portlandite. Or, le modèle de Powers ne prend pas en compte de transport d'hydrates. Le problème posé est de déterminer la zone qui n'est pas affectée par le phénomène de transport. A partir des analyses sur le film de portlandite, on trouve que le transport d'hydrates est négligeable au-

delà de 10 μm à partir de l'interface (paragraphe IV.3.1). On peut donc appliquer le modèle de Powers pour calculer le degré d'hydratation et le rapport E/C initial par tranche à partir d'une distance de 10 μm par rapport au granulat.

❖ **Rapport E/C et degré d'hydratation calculés par le modèle de Powers**

Les tableaux IV.1-2 présentent le rapport E/C initial et les degrés d'hydratation du mortier de calcaire rose sec à 7 et 28 jours. Les calculs des rapports E/C et des degrés d'hydratation d'autres mortiers seront présentés dans l'annexe 8.

Distance au grain(μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	24	19	17	16	15
F(hydrates) (%)	71	75	75	73	73
F(anhydres) (%)	5	6	9	11	12
E/C initial	0,47	0,41	0,38	0,36	0,35
α (%)	87	85	81	78	76

Tableau IV.1. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sec à 7 jours

Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	12	10	8	8	8
F(hydrates) (%)	86	88	89	90	89
F(anhydres) (%)	2	3	3	2	3
α (%)	96	94	94	95	94

Tableau IV.2. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sec à 28 jours

IV.3.3. Gradient de degré d'hydratation

Les gradients de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers des quatre roches à 7 et 28 jours sont présentés respectivement dans les figures IV.20-21-22-23.

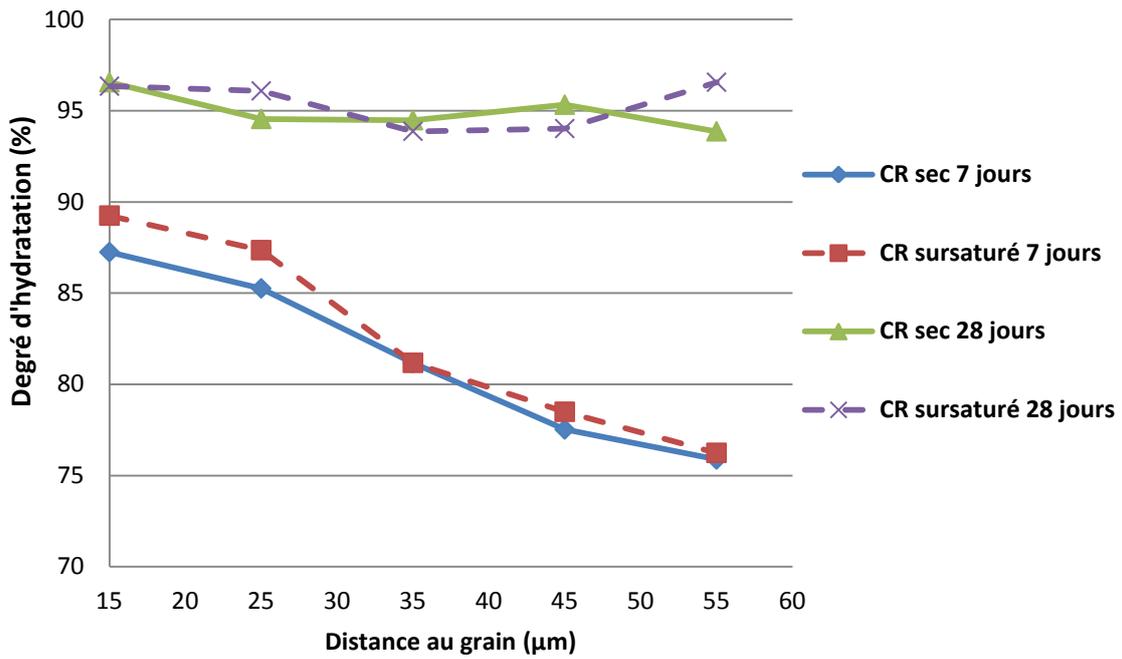


Figure IV.20. Gradient de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire rose

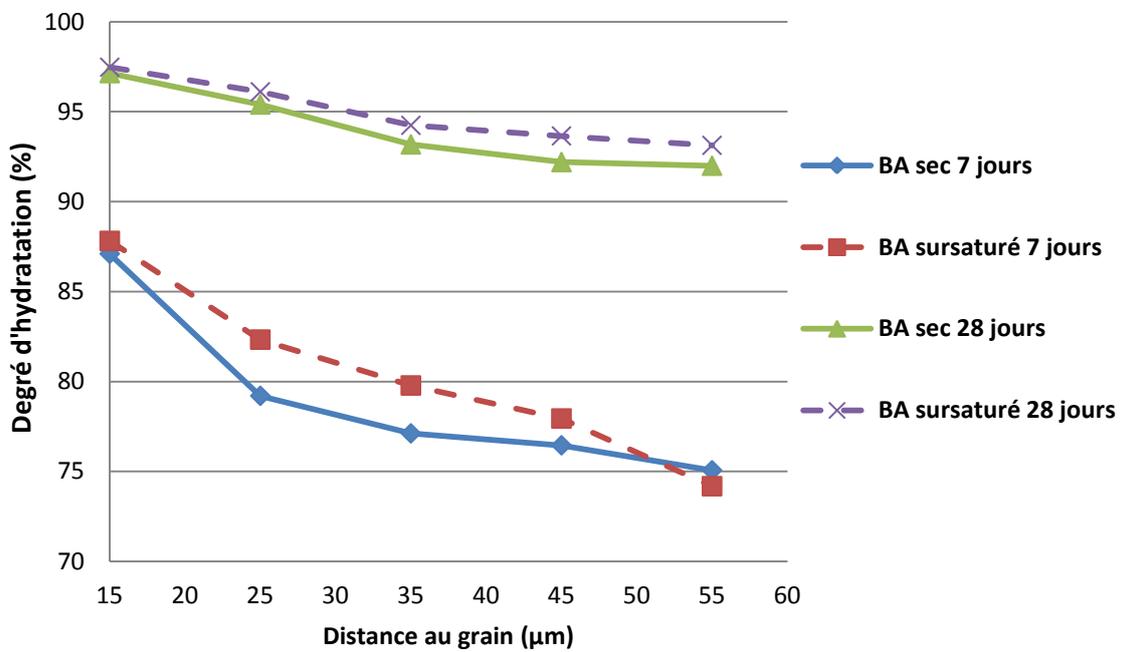


Figure IV.21. Gradient de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers de basalte

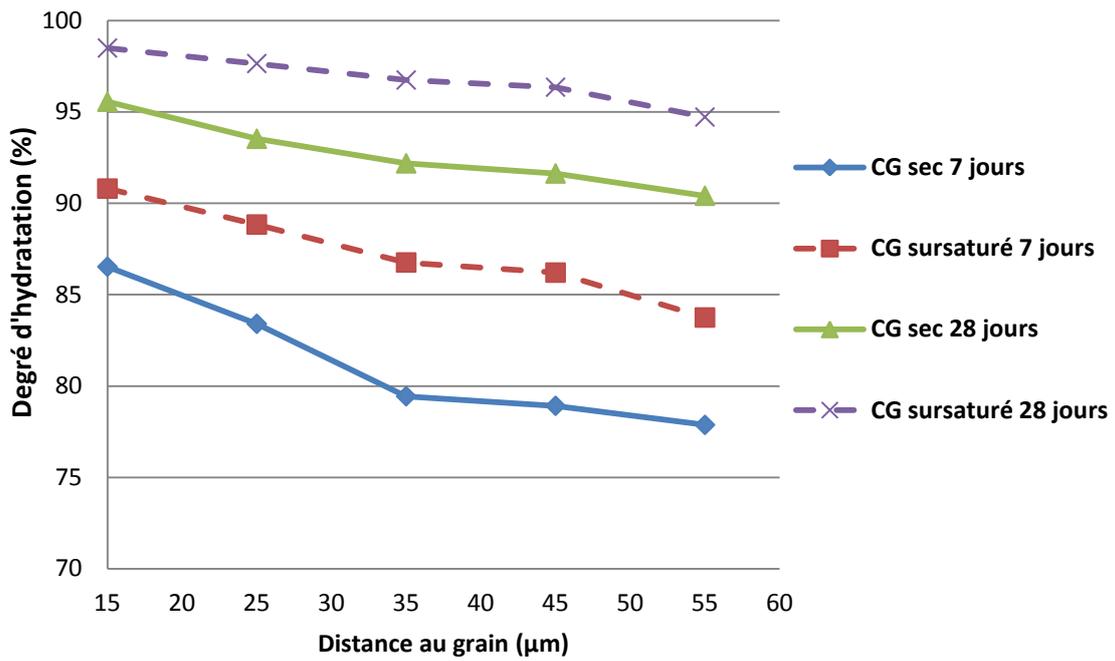


Figure IV.22. Gradient de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire gris

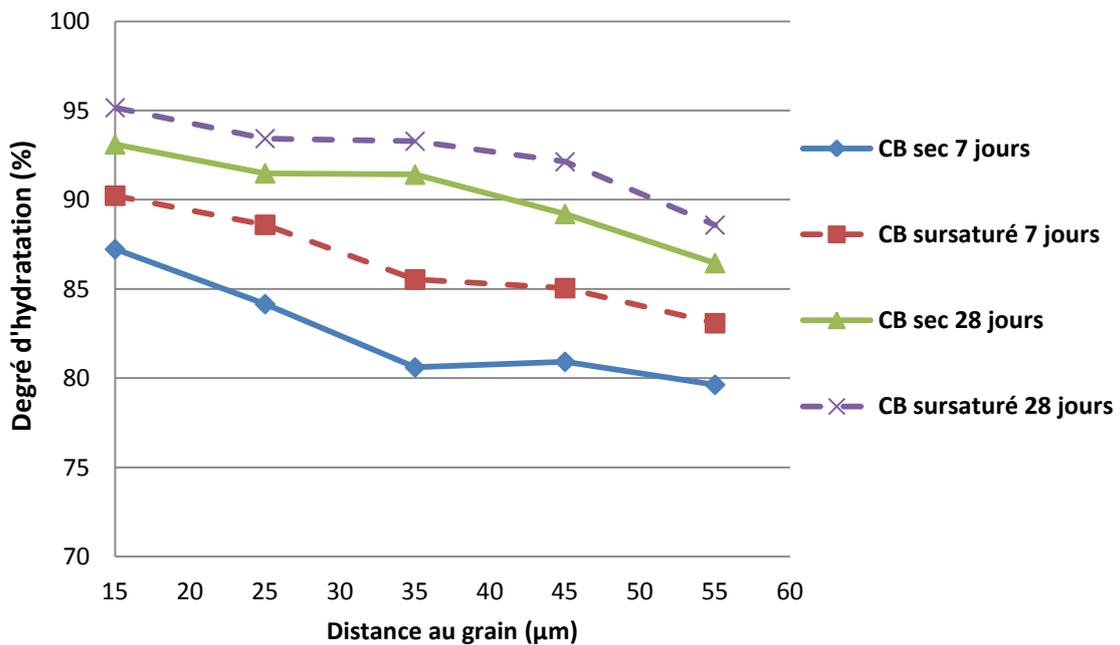


Figure IV.23. Gradient de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire beige.

❖ **Granulats peu poreux et peu absorbants**

L'observation montre que le degré d'hydratation de la zone d'interphase des mortiers à l'âge de 7 jours augmente lorsqu'on s'approche du granulat. Cette augmentation est représentée par un écart de l'ordre de 10 à 15 % en passant du cœur de la pâte à une distance de 15 μm par rapport au grain (Figure IV.20-Figure IV.21).

Cependant, ce gradient diminue avec l'âge de la pâte de ciment. Il a été remarqué qu'à 28 jours, l'écart entre le degré d'hydratation du cœur de la pâte et celui de la zone près du grain est inférieur à 5 %.

D'autre part, on trouve, dans le cas du calcaire rose et du basalte, que le gradient de degré d'hydratation du mortier de granulats sursaturés et celui du mortier de granulats secs sont quasi-confondus que ce soit à 7 jours ou 28 jours. Il a toutefois été observé que le degré d'hydratation du mortier de granulats sursaturés est légèrement plus élevé que celui de granulats secs avec un écart de l'ordre de 2 % dans la zone des 50 μm adjacente à l'interface. Ceci démontre que l'effet de la teneur en eau des granulats sur le degré d'hydratation est peu significatif pour les mortiers de granulats peu poreux et peu absorbants.

❖ **Granulats poreux et absorbants**

On constate que les gradients de degré d'hydratation des mortiers de calcaire gris et de calcaire beige à 7 jours sont moins marqués que ceux des mortiers de calcaire rose et de basalte. L'écart de degré d'hydratation est de l'ordre de 5 à 10 % lorsqu'on passe du cœur de la pâte à une distance de 15 μm par rapport au grain.

Les figures IV.22-23 montrent que la teneur en eau initiale des granulats influence fortement le degré d'hydratation du mortier de granulats poreux et absorbants. L'écart entre le gradient du mortier de granulats secs et celui du mortier de granulats sursaturés est de l'ordre de 5 % à 7 jours.

❖ Degré d'hydratation moyen

Le degré d'hydratation moyen de l'interphase est défini comme la moyenne des degrés d'hydratation dans la zone entre 10 et 60 μm à partir du granulat. La figure IV.24 présente les degrés d'hydratation moyens des mortiers à 7 jours.

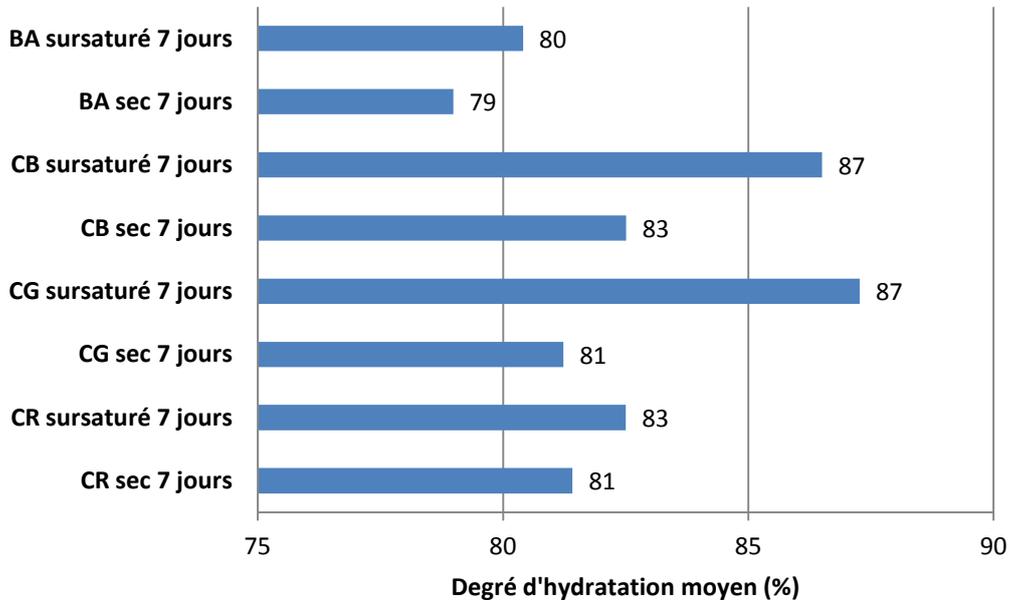


Figure IV.24. Degré d'hydratation moyen de la zone d'interphase des mortiers à 7 jours

On constate que les mortiers de calcaire beige et de calcaire gris à l'état sursaturé sont mieux hydratés que les autres à 7 jours. Les degrés d'hydratation moyens de ces deux mortiers sont d'environ 87 % alors que ceux des autres mortiers sont de l'ordre de 80 %. Or, les mortiers de calcaire beige et de calcaire gris à l'état sursaturé présentent des zones d'interphase plus poreuses que celles des autres mortiers. A partir de ces analyses, on peut dire que ce n'est pas la vitesse d'hydratation qui pilote la porosité de la zone d'interphase mais l'empilement initial.

Les degrés d'hydratation moyens à 28 jours de tous les mortiers sont compris entre 90 à 95 % (Figure IV.25) : l'hydratation des mortiers est quasiment terminée à 28 jours.

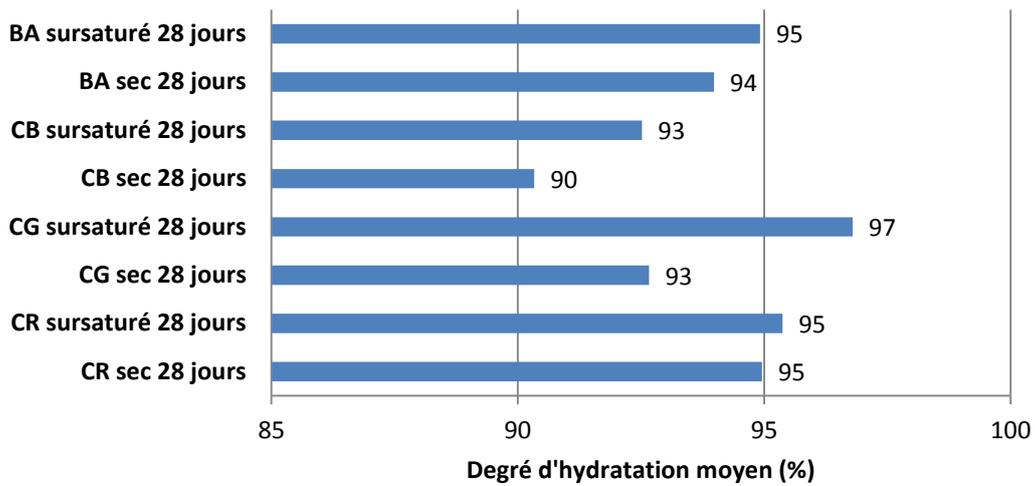


Figure IV.25. Degré d'hydratation moyen de la zone d'interphase des mortiers à 28 jours

IV.3.4. Gradient de rapport E/C initial

Le calcul du rapport E/C par tranche nous permet, d'une part, d'expliquer l'influence de la teneur en eau initiale des granulats sur les gradients de porosité et de degré d'hydratation et d'autre part, d'estimer le rapport E/C moyen dans la zone d'interphase et dans le cœur de la pâte de ciment. Grâce au calcul du rapport E/C moyen, on peut estimer les rapports E_{eff}/C des mortiers.

Les figures IV.26-27-28-29 présentent les gradients de rapport E/C à 7 et 28 jours par type de granulat.

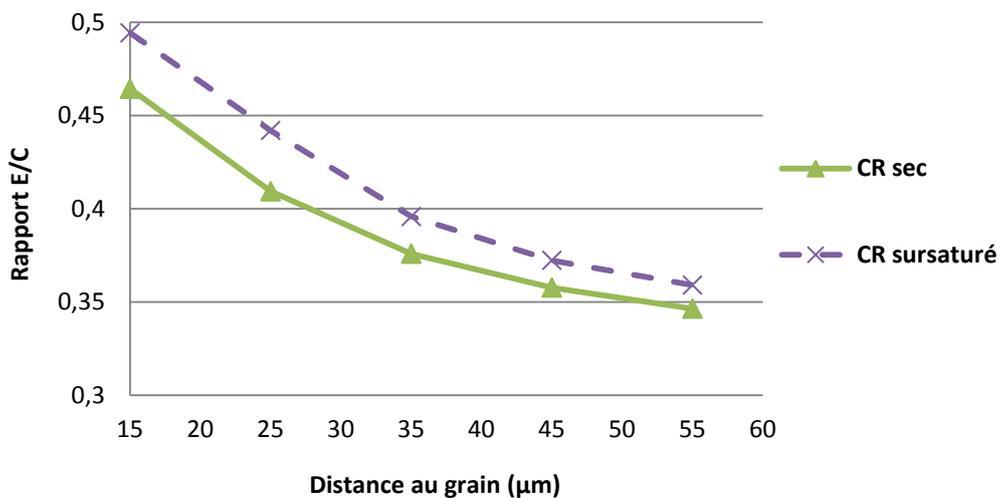


Figure IV.26. Gradient de rapport E/C initial dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire rose

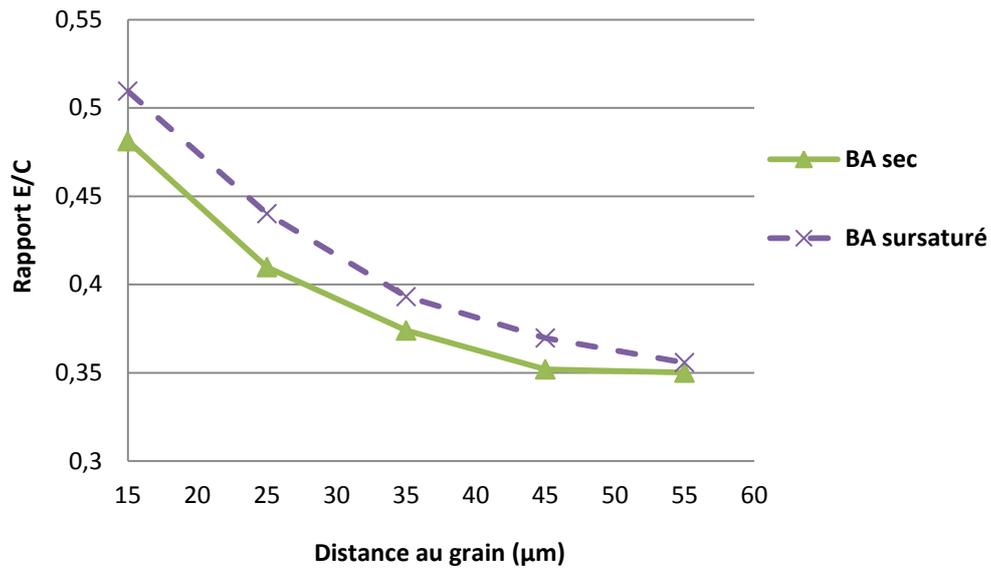


Figure IV.27. Gradient de rapport E/C initial dans la zone d'interphase des mortiers de basalte

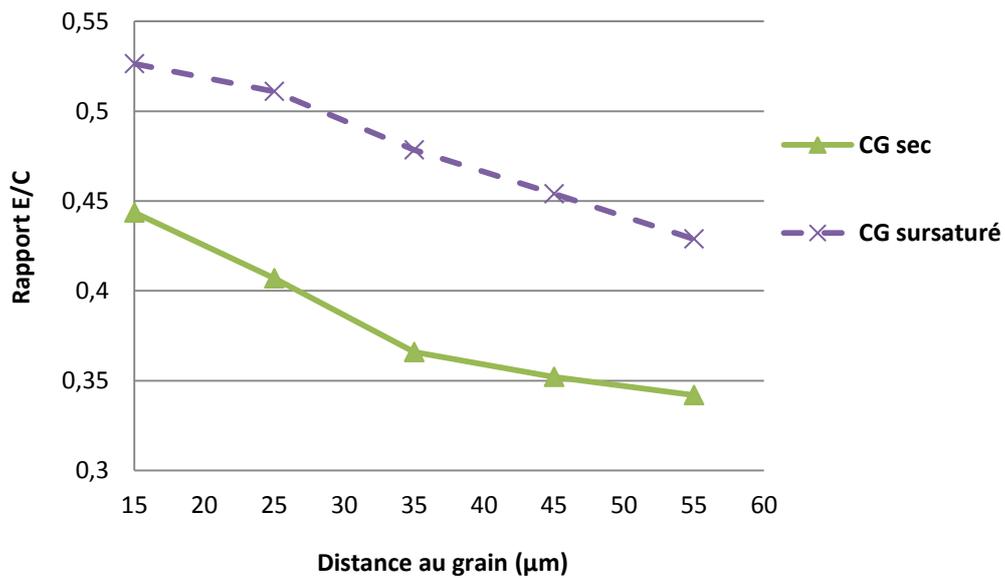


Figure IV.28. Gradient de rapport E/C initial dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire gris

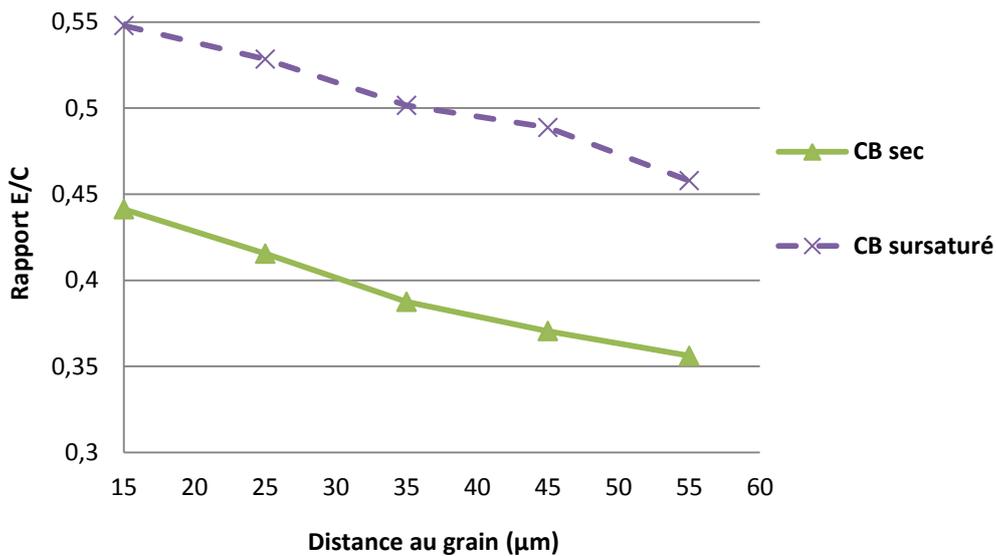


Figure IV.29. Gradient de rapport E/C initial dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire beige

❖ Granulats peu poreux et peu absorbants

Les figures IV.26-27 nous montrent que les gradients de rapport E/C sont assez marqués pour les mortiers de calcaire rose et de basalte. Le rapport E/C passe de 0,35 à une valeur entre 0,47 et 0,5 lorsqu'on passe du cœur de la pâte de ciment à une distance de 15 µm par rapport au granulat.

D'autre part, on trouve que le gradient de rapport E/C du mortier de granulats sursaturés et celui du mortier de granulats secs sont très proche l'un de l'autre. Le rapport E/C du mortier de granulats sursaturés est légèrement plus élevé que celui de granulats secs. Cette observation démontre que ces deux mortiers présentent une même qualité de la pâte de ciment et que le rapport E/C n'est quasiment pas affecté par l'effet de la teneur en eau des granulats.

❖ Granulats poreux et absorbants

Le calcul du rapport E/C par tranche des mortiers de calcaire beige et calcaire gris nous montre également des gradients de rapport E/C au voisinage de l'interface (Figure IV.28- Figure IV.29).

Dans le cas des mortiers de granulats secs, le rapport E/C passe de 0,35 à 0,45 en passant du cœur de la pâte de ciment à une distance de 15 μm par rapport au granulat.

Par contre, on constate une forte influence de la saturation des granulats sur le rapport E/C. En passant du cœur de la pâte de ciment à une distance de 15 μm par rapport au granulat, le rapport E/C du mortier de calcaire beige sursaturé croît de 0,45 à 0,55 alors que celui du mortier de calcaire beige sec croît de 0,35 à 0,45 (Figure IV.29). L'écart entre le gradient de rapport E/C du mortier de granulats secs et celui de granulats sursaturés est de l'ordre de 0,1. On trouve que cet écart se maintient au-delà d'une distance de 50 μm par rapport au grain. Cette tendance a été également observée dans le cas du calcaire gris (Figure IV.28). Ces résultats démontrent que pour des calcaires poreux et absorbant, la pâte de ciment et la zone d'interphase des mortiers de granulats initialement sursaturés sont plus riches en eau que celles des mortiers de granulats secs.

Les résultats montrent que, quelle que soit l'état de la teneur en eau des granulats, les gradients de rapport E/C initial des mortiers de granulats poreux sont moins marqués que ceux des mortiers de granulats peu poreux. En passant du cœur de la pâte de ciment à une distance de 15 μm par rapport au granulat, l'augmentation du rapport E/C des mortiers de calcaire gris et de calcaire beige est de l'ordre de 0,1 alors que celle des mortiers de calcaire rose et de basalte est de l'ordre de 0,12-0,15.

❖ **Rapport E/C moyen de la zone d'interphase**

Le rapport E/C moyen de l'interphase est défini comme la moyenne des rapports E/C dans la zone entre 10 et 60 μm à partir du granulat. La figure IV.30 présente les rapports E/C moyens des mortiers.

Les rapports E/C moyens des mortiers de calcaire gris et de calcaire beige à l'état sursaturé sont plus élevés que ceux des autres mortiers. Les rapports E/C moyens de ces deux mortiers sont de l'ordre de 0,5 alors que ceux des autres mortiers sont de l'ordre de 0,4. Ces résultats confirment que les mortiers de calcaire beige et calcaire gris sursaturé ont des rapports E_{eff}/C supérieurs à ceux des six autres mortiers. Ces rapports E/C plus élevés font que ces deux mortiers, bien qu'ils s'hydratent plus vite dans les 7 premiers jours (Figure IV.24), présentent à 28 jours des mésoporosités plus élevées.

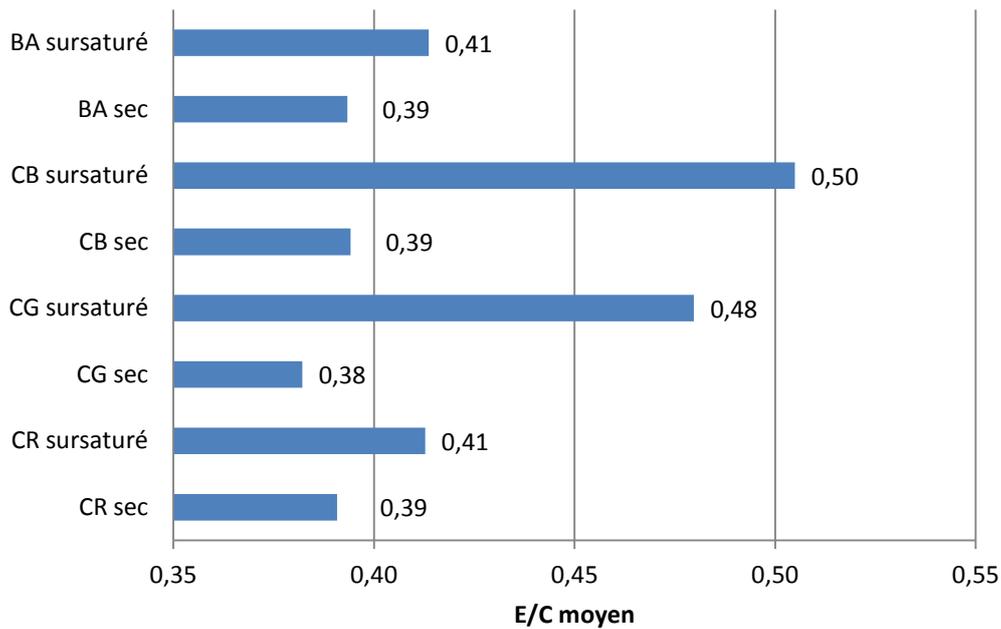


Figure IV.30. Rapport E/C moyen de la zone d'interphase des mortiers

Pour les matériaux peu poreux et peu absorbant et pour lesquels il n'y pas d'influence de la saturation sur le rapport $(E/C)_{\text{moyen}}$ calculé (calcaire rose et basalte), on trouve une valeur de 0,4 pour le rapport $(E/C)_{\text{moyen}}$ calculé par le modèle de Powers alors que le rapport E_{eff}/C visé était de 0,5. La mesure de porosité au MEB ne prend pas en compte les pores capillaires inférieurs à $0,27 \mu\text{m}$, cette porosité étant sous-estimée et le calcul par Powers étant calé sur la porosité capillaire, ce calcul va converger vers des assemblages de plus faible porosité et donc de plus faible E/C que celui de la pâte du mortier.

IV.4. Conclusion

Ce chapitre nous a permis de mettre en relation les propriétés mécaniques mesurées sur mortier normalisé à base de sable sans fines et la méso/micro structure quantifiée à partir d'observations au microscope électronique à balayage traitées par un logiciel d'analyse d'image.

Il est apparu que la résistance à la compression des mortiers pouvait être déclinée sur la base d'une relation de Ferret dépendante du niveau de résistance à la compression des roches et du niveau de mésoporosité (pores supérieurs à $0,27 \mu\text{m}$) de l'interphase du mortier

d'enrobage. Deux lois respectivement pour le basalte, le calcaire et le calcaire gris d'une part et pour le calcaire beige d'autre part ont pu être calées. Il est à noter que, pour ces mortiers à forte concentration volumique en sable, l'interphase représente l'essentiel de la pâte et donc la porosité moyenne de l'interphase est aussi proche de la porosité moyenne de la pâte.

La mésoporosité est elle-même dépendante du rapport E_{eff}/C visé initialement et du taux d'avancement de la réaction d'hydratation. Il faut rappeler qu'il était visé un rapport E_{eff}/C identique pour l'ensemble des mortiers que l'on parte d'un sable sec ou saturé. Le calcul de l'eau d'ajout en vue d'obtenir le rapport E_{eff}/C visé a été effectué en utilisant la valeur d'absorption de sable issue de l'essai normalisé (norme EN 1097-6). Les observations au microscope électronique couplées à l'utilisation du modèle de Powers ont permis de calculer un rapport E/C moyen dans l'interphase représentatif du rapport E_{eff}/C obtenu. Il ressort de l'étude de ces rapports E_{eff}/C obtenus deux types de comportements :

- ❖ Pour les matériaux peu poreux et peu absorbants (calcaire rose et basalte) qu'ils soient initialement à l'état sec ou à l'état saturé et pour les matériaux poreux et absorbants (calcaire gris et calcaire beige) et à condition qu'ils soient à l'état sec, les six mortiers obtenus présentent des rapports E/C moyen du même ordre de grandeur compris entre 0,38 et 0,41. Pour ces mortiers il a été possible sur la base de la connaissance de l'absorption normalisée à vingt-quatre heures et pour des sables sans fines d'obtenir des rapports E_{eff}/C équivalents. Il faut toutefois noter qu'en partant de l'état saturé le rapport E_{eff}/C obtenu est légèrement supérieur à celui obtenu à partir de l'état sec pour les matériaux peu poreux (0,41 contre 0,39).
- ❖ Pour les matériaux poreux et absorbants (calcaire gris et calcaire beige) à l'état initialement sursaturé les rapports E/C moyen mesurés sont 1,3 fois supérieurs à l'intervalle [0,38-0,41] obtenus précédemment soit 0,48 pour le calcaire gris et 0,51 pour le calcaire beige. Il n'a pas été possible d'obtenir un rapport E_{eff}/C équivalent aux mortiers précédents :
 - Tout se passe comme si ces matériaux libéraient dans la pâte des quantités d'eau supérieures à celles calculées sur la base de la connaissance de l'absorption normalisée à vingt-quatre heures.
 - Ce rapport E_{eff}/C initial plus élevé fait qu'à une échéance donnée ces mortiers à base de sable sursaturé présentent des résistances mécaniques significativement plus faibles que les mortiers de la même famille de roche de même niveau de résistance à

base de sable sec et ceci bien qu'ils semblent présenter un taux d'hydratation à sept jours légèrement supérieur.

Il a été observé des différences significatives en termes de gradients dans l'interphase selon le niveau de porosité et d'absorption des roches :

- ❖ Les matériaux poreux et absorbants comme le calcaire gris et beige présentent des gradients dans l'interphase généralement moins marqués que pour le calcaire rose et le basalte. La porosité et peut être la rugosité de surface semble influencer et réduire l'effet de paroi.
- ❖ Ces gradients moins marqués pour le calcaire gris à l'état sec peuvent peut-être expliquer qu'à résistance de roche et à mésoporosité de pâte équivalentes, les mortiers et les composites à base de calcaire gris sec sont plus résistants que les mortiers et les composites à base de calcaire rose sec.

Toutefois il convient de rappeler que c'est la porosité moyenne de l'interphase et non la présence de gradient plus ou moins marqué et donc d'interphase plus ou moins marqué qui pilote avant tout la résistance à la compression. De même si l'état de saturation initial peut jouer sur la nature du film duplex, présence de zones de vides plus importante avec des matériaux initialement sursaturé, là encore il semble que cela soit un facteur du deuxième ordre par rapport à la résistance mécanique qui dépend avant tout de la mésoporosité moyenne de l'interphase. Les modes de rupture des composites décrits au chapitre précédent et montrant de la pâte adhérente à la roche après rupture et ceci pour des roches initialement sèche et initialement humide semblent confirmer la prédominance de la qualité de l'interphase dans sa globalité sur la qualité du film duplex sur le comportement mécanique.

Conclusion générale et perspectives

❖ Conclusion générale

Concernant les bétons fabriqués à partir de granulats poreux et absorbants, une bonne compréhension des phénomènes de transport d'eau granulats-pâte de ciment devient indispensable à une meilleure maîtrise de la qualité de la zone d'interphase entre ce granulat et cette pâte, interphase qui conditionne les propriétés mécaniques des bétons. Ce travail vise à rapporter l'influence des propriétés physico-mécaniques des granulats telles que leur porosité, leur absorption d'eau, leur rugosité et leur résistance mécanique sur les propriétés de la zone d'interphase et par conséquent sur les propriétés mécaniques du mortier. Pour répondre à ces objectifs, des matériaux naturels présentant des compositions minéralogiques similaires, des calcaires pour l'essentiel, mais différents niveaux de porosité ont été utilisés.

Au niveau mésoscopique, l'adhérence « roche-pâte de ciment » est affectée par la rugosité de la surface des roches. Les résistances mécaniques des composites diminuent significativement après polissage. Les résistances mécaniques des composites dépendent également de la résistance de la roche. Cependant, cet effet devient moins important en diminuant la rugosité des roches. Les travaux sur des composites nous montre que l'effet de la teneur en eau des roches poreuses et absorbantes affecte significativement les résistances mécaniques des liaisons « roche-pâte de ciment ». Le remplacement d'une roche à l'état sec par une roche proche de l'état Saturé Superficiellement Sec (état SSS) engendre une chute importante de résistance mécanique des composites. Cette baisse de résistance est attribuée à un rapport E_{eff}/C plus faible pour les pâtes des composites à base de roche à l'état sec, ces roches absorbant une partie de l'eau de la pâte et cette absorption n'étant pas compensée en termes d'eau d'ajout. La comparaison entre les essais sur composites et les essais sur mortiers a permis de montrer que la rupture de la zone d'interphase était l'élément déterminant pour expliquer la rupture des mortiers. Concernant la zone d'interphase, il a été confirmé que la résistance au cisaillement est de l'ordre de 1,5 fois la résistance à la traction.

Les propriétés mécaniques des mortiers ont été mises en relation avec la porosité moyenne de la zone d'interphase grâce à la relation de type de Féret. Il est apparu que la résistance en compression des mortiers dépend en premier lieu du niveau de résistance en compression des roches et du niveau moyen de mésoporosité de l'interphase estimé à partir d'observations MEB traitées par analyse d'image. Il est à noter que, pour ces mortiers à forte concentration volumique en sable, la zone d'interphase correspond quasiment à la zone de pâte de ciment. A résistance de roche et mésoporosité de pâte équivalentes, il semble que le calcaire gris poreux initialement à l'état sec ait des propriétés mécaniques sur mortier et sur composites plus élevées que le calcaire rose peu poreux initialement à l'état sec. Ce résultat est à mettre en relation avec une interphase avec des gradients moins prononcés pour les matériaux poreux comme le calcaire gris et le calcaire beige.

- Pour ces mortiers, un rapport E_{eff}/C équivalent dans la pâte est visé. La correction d'eau d'ajout est effectuée à partir de l'essai d'absorption normalisé à 24 heures « EN 1097-6 » permettant de qualifier l'état saturé superficiellement sec. La microstructure quantifiée à partir d'observations au MEB traitées par un logiciel d'analyse d'image couplées à l'utilisation du modèle de Powers ont permis de calculer le rapport E/C moyen dans l'interphase représentatif du rapport E_{eff}/C obtenu. Cette estimation nous permet de mieux comprendre pourquoi les mortiers fabriqués à partir de granulats à l'état sursaturé (degrés de saturation supérieurs de quelques pourcents à l'état SSS) sont moins résistants que ceux fabriqués à partir de granulats à l'état sec.
- Pour les matériaux peu poreux et peu absorbants qu'ils soient initialement à l'état sec ou à l'état sursaturé et pour les matériaux poreux et absorbants à condition qu'ils soient à l'état sec, les six mortiers obtenus présentent des rapports E_{eff}/C moyen dans l'interphase du même ordre de grandeur. L'eau absorbée par ces matériaux lors du malaxage montre une bonne correspondance avec la quantité estimée à partir de l'essai d'absorption EN 1097-6.
- Pour les matériaux poreux et absorbants à l'état initialement sursaturé, le calcul de l'eau d'ajout basée sur la valeur d'absorption de sable issue de l'essai normalisé (norme EN 1097-6) conduit à un rapport E_{eff}/C supérieur aux mortiers précédents. Il semble qu'une partie de l'eau d'absorption mesurée sur la base de l'essai d'absorption EN 1097-6 ait été apportée pour ces matériaux poreux à la pâte.

Ce couplage entre d'une part les propriétés mécaniques des mortiers et d'autre part la caractérisation de la mésostructure nous permet de mieux comprendre pourquoi les mortiers fabriqués à partir de granulats à l'état sursaturé sont moins résistants que ceux fabriqués à partir de granulats à l'état sec : la non maîtrise de l'eau efficace des mortiers à base de granulats sursaturés qui conduit à un rapport E_{eff}/C plus élevé induit après durcissement des interphases plus mésoporeuses et donc des propriétés mécaniques plus faibles. La valeur d'absorption d'eau estimée à partir de l'essai normalisé EN 1097-6 n'est pas adaptée au calcul de l'eau efficace de mortiers à base de matériaux poreux très absorbants lorsqu'ils sont sursaturés : tout se passe comme si l'eau apportée à la pâte par le sable sursaturé lors du malaxage est supérieure à la quantité estimée à partir de l'essai EN 1097-6. A l'inverse, cette étude confirme que la valeur d'absorption issue de cet essai, est adaptée pour estimer l'eau efficace de mortiers à base de matériaux peu poreux et peu absorbants secs ou sursaturés. Elle montre que cette valeur reste adaptée au calcul de l'eau efficace de matériaux poreux très absorbants lorsqu'ils sont initialement secs.

Il convient toutefois de rappeler quelques éléments de contexte de cette étude avant d'être tenté par une généralisation de ces résultats au matériau béton :

- Nous avons travaillé sur des sables pour lesquels les phénomènes de saturation/désaturation des grains sont plus faciles et plus rapides que pour les gravillons de taille supérieure,
- Le mode de malaxage utilisé est celui du mortier normalisé plus long que celui généralement utilisé pour fabriquer les bétons favorisant ainsi les transferts d'eau pendant le malaxage,
- Les fines du sable n'ont pas été prises en compte alors qu'elles influent beaucoup sur la demande en eau des bétons et donc sur l'eau d'ajout en vue de maîtriser l'eau efficace.

❖ Perspectives

Pour mieux comprendre l'influence de la saturation initiale de granulats poreux et très absorbants sur la zone d'interphase et par conséquent sur les propriétés mécaniques des bétons, différentes perspectives peuvent être proposées à la suite de ce travail :

- Il est nécessaire d'étudier l'influence de la taille maximale de ces granulats sur la microstructure de l'interphase. Les gravillons pourraient être saturés ou désaturés plus lentement que les grains de sables. L'accumulation d'eau et le volume des vides autour de ces granulats dus à l'effet de paroi dépendent également de la taille de ces granulats. Ces phénomènes peuvent affecter la formation de la zone d'interphase.
- La compréhension du comportement d'absorption d'eau des fines de ces granulats poreux est indispensable à une meilleure maîtrise du calcul de l'eau d'ajout et de la qualité de la zone d'interphase.
- L'influence des procédures de malaxage et de vibration sur la zone d'interphase devrait être étudiée. Les paramètres de malaxage tels que la durée de malaxage, l'ordre d'introduction des constituants dans le malaxeur peuvent affecter le processus d'absorption/désorption d'eau des granulats dans le béton. Le protocole de vibration pourrait affecter la formation du film d'eau autour des granulats à cause de l'effet du ressuage.

L'ensemble de ces actions pourrait permettre de revoir les méthodes de formulation des bétons mettant en œuvre des matériaux poreux et absorbants à l'état initialement sursaturé et notamment en vue de mieux maîtriser l'eau efficace dans la pâte qui conditionne fortement les propriétés mécaniques et les propriétés de durabilité. Ceci est d'autant plus important que l'utilisation de ce type de matériaux se généralise (granulats légers, granulats issus de bétons de démolition, granulats végétaux, etc ...).

Références bibliographiques

- Akcaoglu, T., Tokyay, M., & Celik, T., 2004. Effect of coarse aggregate size and matrix quality on ITZ and failure behavior of concrete under uniaxial compression. *Cement and Concrete Composites*, 26(6), 633–638.
- Alexander, M., 1996. The effects of ageing on the interfacial zone in concrete. In J. Maso, ed. *Interfacial Transition Zone in Concrete*. London: E&FN Spon, pp. 166–196.
- Alexander, M. & Taplin, J.H., 1964. Analysis of the strength and fracture of concrete based on unusual insensitivity of cement-aggregate bond to curing temperature. *Australian Journal of Applied Science*, 15(3), pp.160–170.
- Barnes, M.S., Diamond, S. & DoIch, W.L., 1978. The contact zone between Portland cement paste and glass aggregate surfaces. *Cement and Concrete Research*, 8, pp.233–244.
- Baroghel-Bouny, V., 1994. *Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons – Méthodes, analyse, interprétations*. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), Paris.
- Basheer, L., Basheer, P. & Long, A., 2005. Influence of coarse aggregate on the permeation, durability and the microstructure characteristics of ordinary Portland cement concrete. *Construction and Building Materials*, 19(9), pp.682–690.
- Ben-Aim, R., 1970. *Etude de la texture des empilements de grains. Application à la détermination de la perméabilité des mélanges binaires en régime moléculaire, intermédiaire, laminaire*. Thèse d'Etat de l'Université de Nancy.
- Bentur, A., Goldman, A. & Cohen, M.D., 1989. The Contribution of the Transition Zone to the Strength of High Quality Silica Fume Concretes. *Materials Research Society Proceedings*, 114, pp.97–103.
- Bentz, Dale P & Stutzmanl, P.E., 1994. SEM analysis and computer modeling of hydration of portland cement particles. In S. M. DeHayes & D. Stark, eds. *Petrography of Cementitious Materials, ASTM STP 1215*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, pp. 60–73.
- Bonen, D., 1996. *Features of the interfacial transition zone and its role in secondary mineralization in: The Interfacial Transition Zone in Cementitious Composites A*. Katz et al., eds., London: E&FN Spon.
- Bourdette, B., Ringot, E., & Ollivier, J. P., 1995. Modelling of the transition zone porosity. *Cement and Concrete Research*, 25(4), 741–751.

- Brough, A. & Atkinson, A., 2000. Automated identification of the aggregate–paste interfacial transition zone in mortars of silica sand with Portland or alkali-activated slag cement paste. *Cement and Concrete Research*, 30(6), pp.849–854.
- Caliskan, S., Karihaloo, B.L. & Barr, B.I.G., 2002. Study of rock-mortar interfaces. Part 1: surface roughness of rock aggregates and microstructural characteristics of interface. *Magazine of Concrete Research*, 54(6), pp.449–461.
- Caquot, A., 1937. Le rôle des matériaux inertes dans le béton. *Mémoires de la Société des Ingénieurs Civils de France*, pp.562–582.
- Conjeaud, M., Lelong, B. & Cariou, B., 1980. Liaison pâte de ciment – granulats naturels. In *Proceeding of 7th International Congress on the Chemistry of Cement*.
- Cortas, R., Rozière, E. & Loukili, A., 2010. Effet du taux de saturation des granulats sur le retrait du béton. In *XXVIIIèmes Rencontres Universitaires de Génie Civil*. La Bourboule, pp. 642–651.
- Crumbie, A., 1994. *Characterisation of the microstructure of concrete*. Thèse de Doctorat, University of London, UK.
- Cwirzen, A. & Penttala, V., 2005. Aggregate–cement paste transition zone properties affecting the salt–frost damage of high-performance concretes. *Cement and Concrete Research*, 35(4), pp.671–679.
- Diamond, S. & Huang, J.D., 1998. *The interfacial transition zone: Reality or myth? in: The Interfacial Transition Zone In Cementitious Composites* A. Katz et al., eds., London: E&FN Spon.
- Diamond, Sidney, 2001. Considerations in image analysis as applied to investigations of the ITZ in concrete. *Cement and Concrete Research*, 23.
- Diamond, Sidney, 2004. The microstructure of cement paste and concrete - a visual primer. *Cement and Concrete Composites*, 26(8), pp.919–933.
- Diamond, Sidney & Huang, J., 2001. The ITZ in concrete - a different view based on image analysis and SEM observations. *Cement & Concrete Composites*, 23, pp.179–188.
- Elices, M. & Rocco, C.G., 2008. Effect of aggregate size on the fracture and mechanical properties of a simple concrete. *Engineering Fracture Mechanics*, 75(13), pp.3839–3851.
- Elsharief, A, Cohen, M D & Olek, J, 2003. Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone. *Cement and Concrete Research*, 33(11), pp.1837–1849.

- Elsharief, Amir, Cohen, Menashi D. & Olek, Jan, 2005. Influence of lightweight aggregate on the microstructure and durability of mortar. *Cement and Concrete Research*, 35(7), pp.1368–1376.
- Farran, J., 1956. Contribution minéralogique à l'étude de l'adhérence entre les constituants hydratés des ciments et des matériaux enrobés. *Revue des Matériaux de Construction et des Travaux publics*, 490/491, pp.155–172.
- Féret, R., 1892. Sur la compacité des mortiers hydrauliques. *Annales des Ponts et Chaussées*, 4(7), pp.5–196.
- Gao, Y. et al., 2013. Porosity characterization of ITZ in cementitious composites: Concentric expansion and overflow criterion. *Construction and Building Materials*, 38, pp.1051–1057.
- Garboczi & Bentz, 1991a. A digitized simulation model for microstructural development. “*Advances in Cementitious Materials*”, pp.211–226.
- Garboczi & Bentz, Dale P., 1998. *Concrete: a multi-scale interactive composite in: J.C. Maso (Ed.), The Interfacial Transition Zone In Cementitious Composites* A. Katz et al., eds., London: E&FN Spon.
- Garboczi, E.J. & Bentz, D P, 1991b. Digital Simulation of the Aggregate - Cement Paste Interfacial Zone in Concrete. *Journal of Materials Research*, 6(1), pp.196–201.
- Garboczi, E.J. & Bentz, D P, 1996. Modelling of the microstructure and transport properties of concrete. *Construction and Building Materials*, 10(5), pp.293–330.
- Head, M.K., Wong, H.S. & Buenfeld, N.R., 2008. Characterising aggregate surface geometry in thin-sections of mortar and concrete. *Cement and Concrete Research*, 38(10), pp.1227–1231.
- Hemavibool, S., 2007. *The microstructure of synthetic aggregate produced from waste materials and its influence on the properties of concrete*. Thèse de Doctorat, University of Leeds, UK.
- Hoshino, M., 1989. Relationship between bleeding, coarse aggregate and specimen height of concrete. *ACI Materials Journal*, 86, pp.125–90.
- Hu, J. & Stroeven, P., 2004. Properties of the Interfacial Transition Zone in Model Concrete. *Interface Science*, 12(4), pp.389–397.
- Husem, M., 2003. The effects of bond strengths between lightweight and ordinary aggregate-mortar, aggregate-cement paste on the mechanical properties of concrete. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 363(1-2), pp.152–158.

- J.A.Larbi, 1991. *The cement paste-aggregate interfacial zone in concrete*. Thèse de Doctorat, University of Delft, Netherlands.
- K.Mitsui, 1992. *A study of properties of the paste-aggregate interface*, in: J.C. Maso (Ed.), *Interfaces in Cementitious Composites*, E&FN Spon.
- Kawakami, H., 1992. *Effect of aggregate type on the mechanical behavior of concrete*, in: J.C. Maso (Ed.), *Interfaces in Cementitious Composites*, E&FN Spon.
- Ke, Y., 2008. *Caractérisation du comportement mécanique des bétons de granulats légers: expérimentation et modélisation*. Thèse de Doctorat, Université de Cergy-Pontoise.
- Ke, Y. et al., 2010. Identification of microstructural characteristics in lightweight aggregate concretes by micromechanical modelling including the interfacial transition zone (ITZ). *Cement and Concrete Research*, 40(11), pp.1590–1600.
- Kjellsen, K.O. et al., 2003. Preparation of flat-polished specimens for SEM-backscattered electron imaging and X-ray microanalysis — importance of epoxy impregnation. *Cement and Concrete Research*, 33, pp.611–616.
- Langton, C.A. & Roy, D.M., 1980. Morphology and microstructure of cement paste/rock interface regions. *Proceeding of 7th International Congress on the Chemistry of Cement, Paris, France, Sub-Theme VII*, pp.127–132.
- Leemann, A. et al., 2006. Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete. *Cement and Concrete Research*, 36(8), pp.1425–1433.
- Lo, T Y et al., 2008. The effect of aggregate absorption on pore area at interfacial zone of lightweight concrete. *Construction and Building Materials*, 22(4), pp.623–628.
- Lo, T.Y. & Cui, H.Z., 2004. Effect of porous lightweight aggregate on strength of concrete. *Materials Letters*, 58(6), pp.916–919.
- Lo, Y., Gao, X.F. & Jeary, A.P., 1999. Microstructure of pre-wetted aggregate on lightweight concrete. *Building and Environment*, 34, pp.759–764.
- Matthew, J.A. & Li, Z., 1995. Mechanical Properties of the Aggregate and Cement Interface. *Advanced Cement Based Materials*, 2(6), pp.211–223.
- Mehta, P.K., 1986. Hardened cement paste—microstructure and its relationship to properties. In Finep, ed. *Proceedings of 8th International Congress on the Chemistry of Cement*. Rio de Janeiro, pp. 113–121.
- Mellas, M. & Mezghiche, B., 2003. Estimation of the porosity of Portland cement pastes using backscattered electron image. *Courrier du Savoir*, 4(Juin 2003), pp.47–51.

- Mindess, S., 1996. Tests to determine the mechanical properties of the interfacial zone. In J. Maso, ed. *Interfacial Transition Zone in Concrete*. London: E&FN Spon, pp. 52–68.
- Monteiro, P.J.M., 1986. Improvement of the Aggregate-Cement Paste Transition Zone by Grain Refinement of Hydration Products. In *8th Int. Congo Chem.* Rio de Janeiro, pp. 433–437.
- Monteiro, P.J.M., Maso, J.C. & Ollivier, J.P., 1985. The aggregate-mortar interface. *Cement and Concrete Research*, 15(6), pp.953–958.
- Monteiro, P.J.M. & Mehta, P.K., 1985a. Ettringite formation on the aggregate - cement paste interface. *Cement and Concrete Research*, 15(2), pp.378–380.
- Monteiro, P.J.M. & Mehta, P.K., 1985b. Interaction between carbonate rock and cement paste. *Cement and Concrete Research*, 16(2), pp.127–134.
- Nadeau, J.C., 2002. Water–cement ratio gradients in mortars and corresponding effective elastic properties. *Cement and Concrete Research*, 32(3), pp.481–490.
- Neville, A.M., 2000. *Propriétés des bétons*. Eyrolles, ed., Sherbrooke-Laval: Centre de recherche interuniversitaire sur le béton.
- Odler, I. & Zürz, A., 1988. Structure and bond strength of cement-aggregate interfaces. In S. Mindess & S. P. Shah, eds. *Bonding in Cementitious Composites*. Materials Research Society, pp. 21–27.
- Ollivier, J., Maso, J. & Bourdette, B., 1995. Interfacial transition zone in concrete. *Advanced Cement Based Materials*, 2(1), pp.30–38.
- Ollivier, J.P., Grandet, J. & Hakim, F., 1980. Réactions entre granulats calcaires et pâte de ciment alumineux. *Bulletin de l'Association Internationale de Géologie de l'Ingénieur*, 22(1), pp.278–283.
- Oztek, E., 1987. La résistance du béton en relation avec la résistance du mortier et l'adhérence mortier-granat. In *Porosité et propriétés des matériaux. Premier congrès international de la RILEM*. Versailles, France.
- Pope, A.W. & Jennings, H.M., 1992. The influence of mixing on the microstructure of the cement paste/aggregate interfacial zone and on the strength of mortar. *Journal of Materials Science*, 27(23), pp.6452–6462.
- Powers, T.C. & Brownnyard, T.L., 1946. Studies of the physical properties of hardened portland cement paste. *Journal of the American Concrete Institute*, 43(9), pp.101–132.
- Prokopski, G. & Halbiniak, J., 2000. Interfacial transition zone in cementitious materials. *Cement and Concrete Research*, 30(4), pp.579–583.

- Rao, G.A. & Prasad, B.K.R., 2002. Influence of the roughness of aggregate surface on the interface bond strength. *Cement and Concrete Research*, 32, pp.253–257.
- San Nicolas, R. & Provis, J., 2012. Etude de l'interface granulats/liant dans des mortiers au laitier active par des alcalins. In *Nouveau matériaux et Durabilité*. pp. 138–148.
- Sarkar, S.L., Aimin, X. & Jana, D., 2001. Scanning Electron Microscopy , X-Ray Microanalysis of Concretes. In V. S. Ramachandran & J. J. Beaudoin, eds. *Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science and Technology*. William Andrew Inc./Noyes Publications, pp. 231–274.
- Schwartz, L., Garboczi, E. & Bentz, D.P, 1995. Interfacial Transport in Porous Media: Application to dc Electrical Conductivity of Mortars. *Journal of Applied Physics*, 78(10), pp.5898–5908.
- Scrivener, K L, Bentur, A. & Pratt, P L, 1988. Quantitative characterization of the transition zone in high strength concretes. *Advances in Cement Research*, 1(4), pp.230–237.
- Scrivener, K L, Crumbie, A.K. & Laugesen, P., 2004. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface Science*, 12(4), pp.411–421.
- Scrivener, K L, Crumbie, A.K. & Pratt, P L, 1988. A study of the interfacial region between cement paste and aggregate in concrete. In *Bonding in Cementitious Composites*. pp. 87–88.
- Scrivener, K L & Gartner E.L., 1988. Microstructural Gradients in Cement Paste Around Aggregate Particles. In *MRS Proceedings*. pp. 77–85.
- Scrivener, K., 2004. Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: understanding and quantification. *Cement and Concrete Composites*, 26(8), pp.935–945.
- Scrivener, K.L. & Pratt, P.L., 1996. *Characterisation of interfacial microstructure in: Interfacial Transition Zone in Concrete* J.C. Maso, ed., London: E&FN Spon.
- Scrivener, K.L. & Pratt, P.L., 1987. The characterization and quantification of cement and concrete microstructures. In *Porosité et propriétés des matériaux. Premier congrès international de la RILEM*. Versailles, France.
- Shen, Y., Xu, Z.Z. & Tang, M S, 1998. Improving the structure of the interfacial zone and its influence on the long-term behavior of mortars. *Materials and Structures*, 31(208), pp.230–234.
- Shi, C. & Xie, P., 1998. Interface between cement paste and quartz sand in alkali-activated slag mortars. *Cement and Concrete Research*, 28(6), pp.887–896.

- Stutzman, P.E. & Clifton, J.R., 1999. Specimen Preparation for Scanning Electron Microscopy. In L. J. Nisperos & A., eds. *Proceedings of the Twenty- First International Conference on Cement Microscopy*. Las Vegas, Nevada, pp. 10–22.
- Swenson, E.G. & Gilot, J., 1964. Alkali-carbonate rock reaction. *Highway Research Board Bulletin*, pp.18–31.
- Tang, M.S. & Deng, M., 2004. Progress on the studies of Alkali- Carbonate Reaction. In *Proceeding of the 12th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete*. pp. 51–59.
- Tasong, W.A., Lynsdale, C.J. & Cripps, J.C., 1999. Aggregate-cement paste interface Part I. Influence of aggregate geochemistry. *Cement and Concrete Research*, 29(7), pp.1019–1025.
- Tasong, W.S., Cripps, J.C. & Lynsdale, C.J., 1998. Aggregate-Cement Chemical Interactions. *Cement and Concrete Research*, 28(7), pp.1037–1048.
- Tasong, W.S., Lynsdale, C.J. & Cripps, J.C., 1998. Aggregate-cement paste interface. II: Influence of aggregate physical properties. *Cement and Concrete Research*, 28(10), pp.1453–1465.
- Wasserman, R. & Bentur, A., 1996. Interfacial Interactions in Lightweight Aggregate Concretes and their Influence on the Concrete Strength. *Cement & Concrete Composites*, 18, pp.67–76.
- Yang, S., Zhongzi, X. & Mingshu, T., 1998. Improving the structure of the interfacial zone and its influence on the long-term behavior of mortars. *Materials and Structures*, 31(May), pp.230–234.
- Yuan, C.Z. & Odler, I., 1987. The interfacial zone between marble and tricalcium silicate paste. *Cement and Concrete Research*, 17(5), pp.784–792.
- Zimbelman, R., 1985. A contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cement and Concrete Research*, 15, pp.801–808.

Liste des figures

Figure I.1. Relation entre la résistance du composite « roche-mortier » avec celle du béton (Kawakami 1992).....	11
Figure I.2. Modèle de Barnes et al. (1978).....	13
Figure I.3. Modèle de Zimbelmann (1985)	13
Figure I.4. Modèle de Monteiro (1986) Figure I.5. Modèle de Bentur et al. (1989).....	14
Figure I.6. Modèle de Ben-Aim (1970) sur l'effet de paroi	16
Figure I.7. Hypothèse de l'empilement des cercles de taille unique contre une paroi en deux dimensions (Scrivener & Pratt 1996)	16
Figure I.8. Hypothèse de l'empilement des sphères de taille unique contre une paroi en trois dimensions (Scrivener & Pratt 1996)	17
Figure I.9. Ressuage localisé dans le béton (Mehta 1986)	17
Figure I.10. L'effet de « croissance unilatérale » sur la porosité de la zone d'interphase au départ et en cours de l'hydratation. A gauche : combinaison de l'effet de paroi et de la croissance unilatérale ; à droite : croissance unilatérale (Garboczi & Bentz 1991).....	19
Figure I.11. Dépôt à l'excès de portlandite dans la zone d'interphase (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996).....	20
Figure I.12. Répartition initiale des grains de ciment au voisinage de l'interface du béton (Crumbie 1994)	21
Figure I.13. Distribution du ciment anhydre et degré d'hydratation calculé du béton âgé de 1 jour, 28 jours et 1 an. (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996)	22
Figure I.14. Gradient de la portlandite dans la zone d'interphase pendant le processus de l'hydratation (Crumbie 1994).....	23
Figure I.15. Gradient de la portlandite et d'autres constituants dans la zone d'interphase du béton à 1 jour (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996)	24
Figure I.16. a) Interphase « grain de sable de dolomite-pâte de ciment à 3 jour ; b) première zone de 10 µm adjacente à l'interface ; c) pores ; d) portlandite (Diamond & Huang 2001)	25

Figure I.17. Gradient du rapport $\text{CaO} / \text{SiO}_2$ en fonction de la distance de l'interface marbre-pâte de C_3S à 28 jours (Yuan & Odler 1987)	26
Figure I.18. Gradient du rapport Ca/Si dans la zone d'interphase à 7 et 28 jours ($E/C=0,4$) (J.A.Larbi 1991)	26
Figure I.19. Evolution du gradient de la porosité dans la zone d'interphase d'un béton du rapport E/C de 0,4 (K L Scrivener et al. 2004).	28
Figure I.20. Répartition initiale en volume (%) des grains de ciment et du rapport $E/C=0,4$ dans la zone d'interphase du béton (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996)	30
Figure I.21. Degré d'hydratation calculé du béton âgé de 1 jour, 28 jours et 1 an (K.L. Scrivener & P.L. Pratt 1996).	31
Figure I.22. Résistance en compression et en traction du béton de granulats à l'état sec et humide-surface mouillée (Cortas et al. 2010)	32
Figure I.23. Image au MEB du béton de granulats humides-surfaces mouillées (Cortas et al. 2010).....	33
Figure I.24. Porosité dans la zone d'interphase des mortiers avec $E_{\text{eff}}/C=0,55$ à 7 jours (Amir Elsharief et al. 2005).....	35
Figure I.25. Observation au MEB des interphases pâte de ciment-granulats légers (Ke 2008)	37
Figure I.26. Imprégnation de la pâte dans le granulat de surface poreuse a. interphase matrice /granulat ; b. périphérie du grain ; c. milieu du grain (Ke, 2008).....	38
Figure I.27. Verrouillage mécanique entre le granulat et la pâte/infiltration de la pate dans les pores à la surface (T.Y. Lo & H.Z. Cui 2004)	39
Figure I.28. Zone d'interphase entre un granulat d'argile expansée et la pâte de ciment dans un béton léger (T.Y. Lo & H.Z. Cui 2004).....	39
Figure II.1. Aspect visuel des roches (faces sciées, barre d'échelle : 2mm).....	46
Figure II.2. Lieux d'extraction des roches sur la carte des carrières de la région Languedoc-Roussillon.....	47
Figure II.3. Diffractogrammes des échantillons CR (Calcaire rose), CG (Calcaire gris) et CB (Calcaire beige)	48
Figure II.4. Diffractogramme de poudre de basalte	49
Figure II.5. Analyse EDS du calcaire rose	50

Figure II.6. Analyse EDS du calcaire gris.....	50
Figure II.7. Analyse EDS du calcaire beige	51
Figure II.8. Analyse EDS du basalte	52
Figure II.9. Cinétique d'absorption d'eau par capillarité du calcaire beige pendant 72 heures.....	55
Figure II.10. Cinétique d'absorption d'eau par capillarité du calcaire rose, calcaire gris et du basalte pendant 72 heures.....	55
Figure II.11. Capacité relative d'absorption d'eau par capillarité des roches pendant la première heure.....	56
Figure II.12. Absorption d'eau par capillarité du calcaire rose.....	57
Figure II.13. Absorption d'eau par capillarité du calcaire gris	57
Figure II.14. Absorption d'eau par capillarité du calcaire beige.....	57
Figure II.15. Absorption d'eau par capillarité du basalte.....	58
Figure II.16. Relation entre la résistance compression moyenne et la porosité totale des trois roches calcaires.....	61
Figure II.17. Relation entre la résistance en traction et la porosité totale des trois roches calcaires	62
Figure II.18. Extraction des morceaux de roches	63
Figure II.19. Cube à polir (deux côtés A et B)	63
Figure II.20. Carottage d'un échantillon (à gauche); Rectification d'une pierre cylindrique (à droite)	64
Figure II.21. Méthode du calcul de R_a	65
Figure II.22. Dispositifs de mesure de l'état de surface	67
Figure II.23. Méthode pour mesurer R_a	68
Figure II.24. Procédure de préparation des sables.....	70
Figure II.25. Concassage des roches	70
Figure II.26. Concassage fin des pierres	71
Figure II.27. Courbe granulométrique des sables utilisés.	72
Figure II.28. Séchage de surface des granulats par un courant d'air chaud	73
Figure II.29. Moule tronconique et cône de granulats.....	73

Figure II.30. Etat de surface des granulats en fonction de la forme des cônes de granulat...	74
Figure II.31. Constitution du composite « roche-pâte de ciment » pour l'essai de traction (dimension en mm).....	80
Figure II.32. Echantillon mixte avec des vis intérieures dont la longueur d'insertion est de 30 mm (dimension en mm)	80
Figure II.33. Plan du moule (dimension en mm).....	81
Figure II.34. Montage de l'essai en traction.....	82
Figure II.35. Constitution du composite« roche-pâte de ciment » pour l'essai de cisaillement (dimension en mm).....	84
Figure II.36. Montage de l'essai de cisaillement.....	85
Figure II.37. Différentes informations issues de l'interaction électron-matière.....	91
Figure II.38. Microscope électronique à balayage environnemental de l'École des Mines d'Alès	91
Figure II.39. Constitution principale du MEB Quanta 200 Feg	92
Figure II.40. Mise en liaison conductrice par de la laque d'argent	95
Figure II.41. Image BSE d'une pâte de ciment (E/C=0,5) à 7 jours	98
Figure II.42. Image MEB à 1000x en mode rétrodiffusé (BSE) (mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours)	99
Figure II.43. Image de base dans GIMP2 (à gauche); Calque avec la ligne d'interface (à droite)	100
Figure II.44. Image de l'interphase	101
Figure II.45. Seuillage sur l'histogramme de la zone d'interphase	102
Figure II.46. Images des phases dans l'interphase	103
Figure II.47. Comparaison des zones spécifiques entre l'image de l'interphase et l'image binaire des pores.....	103
Figure II.48. Comparaison des zones spécifiques entre l'image de l'interphase et l'image binaire des anhydres	104
Figure III.1. Faciès de rupture du mortier de calcaire gris (échelle : 500 µm).....	111
Figure III.2. Résistance en compression des mortiers de granulats secs en fonction de la résistance en compression des roches.....	112

Figure III.3. Résistances en compression des mortiers du calcaire rose ($WA_{24}=0,85\%$).....	114
Figure III.4. Résistances en compression des mortiers du basalte ($WA_{24}=0,95\%$).....	114
Figure III.5. Résistances en compression des mortiers du calcaire gris ($WA_{24}=2,8\%$).....	114
Figure III.6. Résistances en compression des mortiers du calcaire beige ($WA_{24}=9,2\%$).....	114
Figure III.7. Chute de résistance en compression des mortiers des trois calcaires.....	115
Figure III.8. Effet de l'état de surface des roches sur la résistance en traction des composites ($E/C = 0,4$; 7 jours).....	117
Figure III.9. Effet de l'état de surface des roches sur la résistance en traction des composites ($E/C = 0,4$; 28 jours).....	118
Figure III.10. Chute de résistance en traction des composites ($\Delta\sigma$) à 7 et 28 jours en relation avec la réduction de rugosité des roches (ΔR_a) ($E/C =0,4$).....	119
Figure III.11. Effet de l'état de surface des roches sur la résistance au cisaillement des composites ($E/C = 0,4$; 7 jours).....	120
Figure III.12. Effet de l'état de surface des roches sur la résistance au cisaillement des composites ($E/C = 0,4$; 28 jours).....	121
Figure III.13. Chute de la résistance au cisaillement ($\Delta\tau$) à 7 et 28 jours en relation avec la réduction de rugosité (ΔR_a) des roches ($E/C =0,4$).....	122
Figure III.14. Perte moyenne de résistance des composites des trois roches de résistances très élevées : calcaire rose, calcaire gris et basalte.	123
Figure III.15. Résistance en traction des composites des roches sèches à l'état brut de sciage en fonction de la résistance en traction des roches.	124
Figure III.16. Faciès de rupture des composites: roche à surface brute	126
Figure III.17. Faciès de rupture des composites: roche à surface polie.....	126
Figure III.18. Type d'adhérence par rugosité ou effet (Farran 1956a).....	128
Figure III.19. Effet de la teneur en eau des roches sur la résistance en traction des composites ($E/C = 0,4$).....	130
Figure III.20. Chute de la résistance en traction ($\Delta\sigma$) des composites ($E/C = 0,4$) par remplacement d'une roche à l'état sec par une roche à l'état imbibé.....	130
Figure III.21. Effet de la teneur en eau des roches sur la résistance au cisaillement des composites ($E/C = 0,4$).....	131

Figure III.22. Chute de la résistance au cisaillement ($\Delta\tau$) des composites ($E/C = 0,4$) par remplacement d'une roche à l'état sec par une roche à l'état imbibé.....	131
Figure III.23. Relation entre la résistance en traction et la résistance au cisaillement des composites « roche à l'état brut de sciage/carottage-pâte »	133
Figure III.24. Relation entre la résistance en traction et la résistance au cisaillement des composites « roche à l'état poli-pâte »	134
Figure III.25. Relation entre les résistances en traction des composites ($E/C = 0,4$; roche à l'état brut de sciage) avec les résistances en compression des mortiers.....	136
Figure III.26. Relation entre les résistances au cisaillement des composites ($E/C = 0,4$; roche à l'état brut de carottage) avec les résistances en compression des mortiers	136
Figure IV.1. Répartition de la porosité dans les premiers 80 μm à partir de l'interface du calcaire beige (mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours).....	141
Figure IV.2. Fraction interconnectée des zones d'interphase dans des mortiers (Garboczi & D P Bentz 1996)	142
Figure IV.3. Porosité de la zone d'interphase des mortiers de calcaire rose	143
Figure IV.4. Porosité de la zone d'interphase des mortiers de basalte	143
Figure IV.5. Porosité de la zone d'interphase des mortiers de calcaire gris	143
Figure IV.6. Porosité de la zone d'interphase des mortiers de calcaire beige	143
Figure IV.7. Zones d'interphase du mortier de calcaire rose à l'état sec à 7 jours (à gauche) et à 28 jours (à droite).....	144
Figure IV.8. Porosité moyenne de la zone d'interphase des mortiers de granulats secs.....	145
Figure IV.9. Relation entre la porosité moyenne de la zone d'interphase et la résistance en compression des mortiers (petits symboles: 7jours; grands symboles: 28 jours).....	147
Figure IV.10. Vérification expérimentale de la relation de Féret dans le cas des mortiers de calcaire rose, de calcaire gris et de basalte	148
Figure IV.11. Vérification expérimentale de la relation de Féret dans le cas des mortiers de calcaire beige.....	148
Figure IV.12. Gradients de porosité de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose à 7 et 28 jours.	151
Figure IV.13. Gradients de porosité de la zone d'interphase du mortier de basalte à 7 et 28 jours.	151

Figure IV.14. Gradients de porosité de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris à 7 et 28 jours.	152
Figure IV.15. Gradients de porosité de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige à 7 et 28 jours.	152
Figure IV.16. Hétérogénéité de la zone adjacente au granulat (mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à 7 jours)	155
Figure IV.17. Porosité moyenne avec l'écart-type des 30 images du mortier de calcaire beige à l'état sursaturé à l'âge de 7 jours	156
Figure IV.18. Zone riche en portlandite avec les cartographies X de Ca et de Si.....	157
Figure IV.19. Gradient Ca/Si dans les premiers 50 µm adjacents au granulat.....	158
Figure IV.20. Gradient de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire rose.....	163
Figure IV.21. Gradient de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers de basalte.....	163
Figure IV.22. Gradient de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire gris.....	164
Figure IV.23. Gradient de degré d'hydratation dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire beige.....	164
Figure IV.24. Degré d'hydratation moyen de la zone d'interphase des mortiers à 7 jours..	166
Figure IV.25. Degré d'hydratation moyen de la zone d'interphase des mortiers à 28 jours	167
Figure IV.26. Gradient de rapport E/C initial dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire rose.....	167
Figure IV.27. Gradient de rapport E/C initial dans la zone d'interphase des mortiers de basalte.....	168
Figure IV.28. Gradient de rapport E/C initial dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire gris.....	168
Figure IV.29. Gradient de rapport E/C initial dans la zone d'interphase des mortiers de calcaire beige.....	169
Figure IV.30. Rapport E/C moyen de la zone d'interphase des mortiers	171

Figure A1. 1. Tension électrique en fonction du déplacement.....	201
Figure A1. 2. Lignes de mesure (lignes discontinues) sur la surface à mesurer	202
Figure A2. 1. Détermination de la ligne moyenne par régression linéaire du profil obtenus	204
Figure A4. 1. Image de base et image de calque après avoir supprimé la légende.	208
Figure A4. 2. Masque de l'interphase	209
Figure A4. 3. Image de l'interphase	210
Figure A6. 1. Elargissement et décalage de la ligne d'interface	215
Figure A7. 1. Relation entre les résistances en traction des composites ($E/C = 0,55$; roche à la surface brute) avec les résistances en compression des mortiers	223
Figure A7. 2. Relation entre les résistances au cisaillement des composites ($E/C = 0,55$; roche à la surface brute) avec les résistances en compression des mortiers.....	223

Liste des tableaux

Tableau II.1. Masses volumiques et porosités des roches	53
Tableau II.2. Coefficient d'absorption d'eau par capillarité des roches.....	58
Tableau II.3. Vitesse de propagation du son des roches.....	59
Tableau II.4. Résistance en compression des roches.....	60
Tableau II.5. Résistance en traction par fendage des roches	60
Tableau II.6. Choix d'une longueur de base (Norme NF EN ISO 4287)	66
Tableau II.7. La rugosité des pierres	68
Tableau II.8. Composition granulométrique du sable de référence CEN.....	69
Tableau II.9. Composition granulométrique pour un sac de 1350 g de sable.	72
Tableau II.10. Caractéristiques physiques des sables utilisés	75
Tableau II.11. Porosités ouvertes des sables	76
Tableau II.12. Caractéristiques du ciment.....	76
Tableau II.13. Compositions des pâtes de ciment	76
Tableau II.14. Résistance en traction par fendage des pâtes de ciment à 28 jours	77
Tableau II.15. Compositions des composites « calcaire rose-pâtes de ciment ».....	78
Tableau II.16. Compositions des composites « basalte -pâtes de ciment ».....	78
Tableau II.17. Compositions des composites « calcaire gris-pâtes de ciment »	78
Tableau II.18. Compositions des composites « calcaire beige -pâtes de ciment ».....	79
Tableau II.19. Composition d'une gâchée du mortier normalisé	86
Tableau II.20. Teneur en eau des sables à l'état sursaturé	87
Tableau II.21. Composition des mortiers de granulats à l'état sec.....	88
Tableau II.22. Composition des mortiers de granulats à l'état sursaturé	88
Tableau II.23. Opérations de malaxage du mortier (EN 196-1).....	88
Tableau III.1. Résistances en compression des mortiers de granulats secs.....	108

Tableau III.2. Résistances en compression des mortiers de granulats sursaturés.....	109
Tableau III.3. Variation de résistances en traction des composites.....	125
Tableau III.4. Variation de résistances au cisaillement des composites.....	125
Tableau IV.1. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sec à 7 jours	162
Tableau IV.2. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sec à 28 jours	162
Tableau A1. 1. Points de mesure.....	201
Tableau A2. 1. Données pour calculer R_a	203
Tableau A2. 2. Calcul de R_a	205
Tableau A7. 1. Résistances en traction des composites des quatre roches à l'état sec à 7 jours	220
Tableau A7. 2. Résistances en traction des composites des quatre roches à l'état sec à 28 jours	220
Tableau A7. 3. Résistances en traction des composites de calcaire gris à l'état imbibé en relation avec celles de calcaire gris à l'état sec	221
Tableau A7. 4. Résistances en traction des composites de calcaire beige à l'état imbibé en relation avec celles de calcaire beige à l'état sec.....	221
Tableau A7. 5. Résistances au cisaillement des composites des quatre roches à l'état sec à 7 jours	221
Tableau A7. 6. Résistances au cisaillement des composites des quatre roches à l'état sec à 28 jours	222
Tableau A7. 7. Résistances au cisaillement des composites de calcaire gris à l'état imbibé en relation avec celles de calcaire gris à l'état sec	222

Tableau A7. 8. Résistances au cisaillement des composites de calcaire beige à l'état imbibé en relation avec celles de calcaire beige à l'état sec.....	222
Tableau A8. 1. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sec à 7 jours	224
Tableau A8. 2. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sec à 28 jours	224
Tableau A8. 3. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sursaturé à 7 jours.....	224
Tableau A8. 4. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sursaturé à 28 jours.....	225
Tableau A8. 5. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de basalte sec à 7 jours	225
Tableau A8. 6. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de basalte sec à 28 jours	225
Tableau A8. 7. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de basalte sursaturé à 7 jours	226
Tableau A8. 8. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de basalte sursaturé à 28 jours	226
Tableau A8. 9. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris sec à 7 jours	226
Tableau A8. 10. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris sec à 28 jours	227
Tableau A8. 11. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris sursaturé à 7 jours	227
Tableau A8. 12. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris sursaturé à 28 jours.....	227
Tableau A8. 13. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige sec à 7 jours.....	228

Tableau A8. 14. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige sec à 28 jours	228
Tableau A8. 15. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige sursaturé à 7 jours	228
Tableau A8. 16. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige sursaturé à 28 jours.....	228

ANNEXES

ANNEXE 1.	Protocole de mesure R_a	200
ANNEXE 2.	Calcul de l'écart moyen de rugosité R_a	203
ANNEXE 3.	Fiche produit du CEM I 52,5 N CE CP2-NF-Beaucaire	206
ANNEXE 4.	Séparation de la zone d'interphase.....	207
ANNEXE 5.	Segmentation des phases par seuillage (en fonction des niveaux de gris).....	211
ANNEXE 6.	Quantifications des phases dans la zone d'interphase	213
ANNEXE 7.	Résistances en traction et au cisaillement des composites « roche-pâte de ciment » de rapport E/C=0,55	220

ANNEXE 1. Protocole de mesure R_a **❖ Installer les dispositifs**

Les matériels sont rassemblés : Le capteur LVTD est connecté au conditionneur de signal, puis celui-ci et le capteur laser sont connectés à la centrale d'acquisition, qui est elle-même connectée à l'ordinateur.

Le capteur laser est posé perpendiculairement à la plaque de travail. Sa distance avec la surface de mesure de l'échantillon est réglée pour acquérir une meilleure intensité lumineuse de laser.

Le capteur LVTD est en contact avec la plaque de travail. Sa direction est réglée pour qu'elle soit parallèle à celle du déplacement de la plaque de travail. Pour suivre le déplacement de l'échantillon, le capteur LVTD est toujours en compression lors de la mesure.

❖ Déterminer le coefficient de sensibilité du capteur de déplacement k_p

Avant toute série de mesure, il a été procédé au contrôle de la sensibilité du capteur LVTD.

Soit k_p la sensibilité du capteur LVTD exprimée en V/mm.

D'abord, on mesure la tension électrique à quatre positions en compression du capteur de déplacement en déplaçant la plaque de travail: X_0, X_1, X_2, X_3 . . La distance entre deux positions successives est d'un millimètre. Les données d'acquisition du conditionneur de signal correspondant à ces quatre points sont Y_0, Y_1, Y_2, Y_3 .

A partir des quatre points (X_0, Y_0) ; (X_1, Y_1) ; (X_2, Y_2) ; (X_3, Y_3) , on établit une relation entre le déplacement et la tension électrique sous la forme: $Y=aX+b$.

Le coefficient de sensibilité du capteur de déplacement k_p est égal à la pente de la courbe de tendance linéaire: $k_p = a$

Voici un exemple pour calculer k_p :

En connaissant quatre points (X_0, Y_0) ; (X_1, Y_1) ; (X_2, Y_2) ; (X_3, Y_3) (Tableau A1. 1), on trouve une courbe de tendance linéaire qui présente la relation entre le déplacement et la tension électrique :

$$Y = 0,1584X + 0,0956 \text{ (Figure A1. 1).}$$

On obtient: $k_p = 0,1584$

i	X_i (mm)	Y_i (V)
0	0	0,0954
1	1	0,2541
2	2	0,4128
3	3	0,5705

Tableau A1. 1. Points de mesure

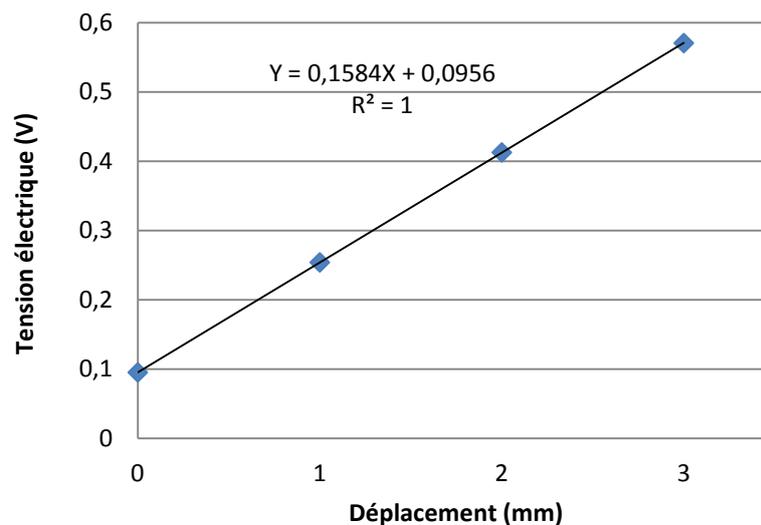


Figure A1. 1. Tension électrique en fonction du déplacement.

❖ Lancer la mesure de rugosité

Après avoir installé les dispositifs et déterminé le coefficient de sensibilité du capteur de déplacement k_p , les mesures sont lancées dès le déplacement de la plaque de travail. La longueur d'évaluation estimée conformément à la norme NF EN ISO 4287, correspond à un

déplacement total de la plaque de travail de 12,5 mm. Les mesures sont effectuées et enregistrées 8 fois par seconde.

La rugosité d'une face est la moyenne de 4 mesures effectuées sur 4 lignes différentes. Leurs positions sur la face à mesurer sont présentées la Figure A1. 2. Pour les deux états de surface (brut de sciage/carottage et poli), la mesure de rugosité est réalisée sur 3 échantillons.

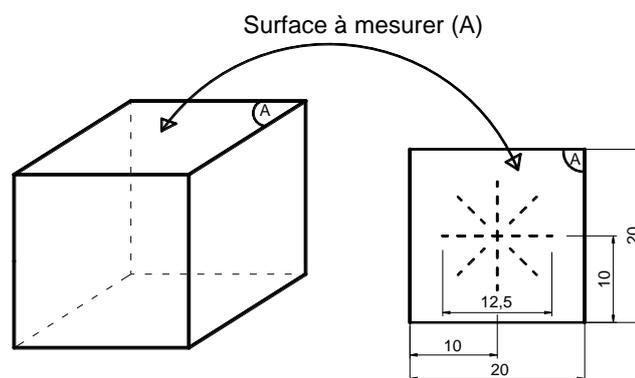


Figure A1. 2. Lignes de mesure (lignes discontinues) sur la surface à mesurer

ANNEXE 2. Calcul de l'écart moyen de rugosité R_a

❖ Choix d'une ligne moyenne

Les données brutes (à partir de la centrale d'acquisition) sont celles du capteur LVTD et du capteur laser. Elles sont enregistrées dans les colonnes B et C (Tableau A2. 1).

Le déplacement X_i du point i est calculé selon la formule suivante :

$$X_i = 1000. (C1_i - C1_1) / k_p \text{ (}\mu\text{m)}$$

Où k_p est le coefficient de sensibilité du capteur de déplacement.

La rugosité relative R_i entre le point i et le point initial (point 1) est calculée selon la formule suivante :

$$R_i = 1000. (C2_i - C2_1) \text{ (}\mu\text{m)}$$

A	B	C	D	E
Point	Capteur LVTD $C1_i$ (V)	Capteur laser $C2_i$ (mm)	Déplacement X_i (μm)	Rugosité relative R_i (μm)
1	-0,2602	-0,4773	0,0	0
2	-0,2581	-0,4728	11,0	4,5
3	-0,2491	-0,476	58,0	1,3
4	-0,2438	-0,4708	85,6	6,5
5	-0,2338	-0,4644	137,9	12,9
6	-0,2291	-0,466	162,4	11,3
7	-0,22	-0,4635	209,9	13,8
8	-0,215	-0,4573	236,0	20
...
...
99	0,2139	-0,4305	2475,7	46,8
100	0,2171	-0,4285	2492,4	48,8
101	0,2233	-0,4317	2524,8	45,6

Tableau A2. 1. Données pour calculer R_a

A partir de l'ensemble des points (X_i, R_i) , une ligne moyenne $m_A(X)$ est choisie par la méthode des moindres carrés (Figure A2. 1).

$$m_A(X) = a_0 + a_1 X = 8,0777 + 0,0152 x$$

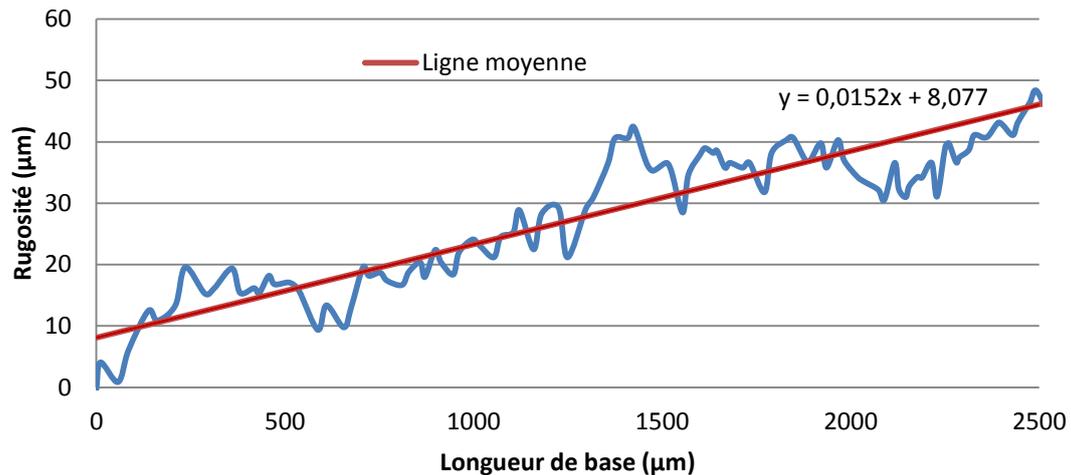


Figure A2. 1. Détermination de la ligne moyenne par régression linéaire du profil obtenu

❖ Calcul de l'écart moyen de rugosité R_a

R_a est calculé selon la formule suivante :

$$R_a = \frac{1}{n} \cdot \sum_1^n |Z(X_i)|$$

Où : $Z(X_i) = (R_i - m_A(X_i)) \cdot \cos(\alpha) = (R_i - m_A(X_i)) \cdot \cos(\arctan(a_1))$

α est la pente de la ligne moyenne par rapport à l'abscisse X.

n est le nombre de points de mesure.

Le calcul de R_a est présenté dans le Tableau A2. 2.

Point	Déplacement X_i (μm)	Rugosité relative R_i (μm)	$m_A(X_i)$ (μm)	$R_i - m_A(X_i)$ (μm)	$ Z(x) $ (μm)
1	0,0	0	8,1	-8,1	8,1
2	11,0	4,5	8,2	2,3	3,7
3	58,0	1,3	9,0	6,3	7,7
4	85,6	6,5	9,4	1,5	2,9
5	137,9	12,9	10,2	4,0	2,7
...
99	2475,7	46,8	45,7	0,5	1,1
100	2492,4	48,8	46,0	2,3	2,8
101	2524,8	45,6	46,5	1,5	0,9
				$R_a =$	4,7

Tableau A2. 2. Calcul de R_a

On obtient : $R_a = 4,7 \mu\text{m}$. Cette valeur est validée car la condition $2 \mu\text{m} < R_a \leq 10 \mu\text{m}$ est satisfaite.

ANNEXE 3. Fiche produit du CEM I 52,5 N CE CP2-NF-Beaucaire



Direction Industrielle
et Technique
Les Technodes
B.P. 01
78931 Guerville cedex

Direction Commerciale
Assistance
et Prescription Clients
Tél. : 01 34 77 78 81
Fax : 01 30 98 73 50

Version du : 18/02/2013

N° certificat CE : 0333-CPD-2403

Fiche produit de

Beaucaire
CEM I 52,5 N CE CP2 NF

Caractéristiques physiques et mécaniques

Compression en MPa				Eau pâte pure en %	Début de prise en mn à 20 °C	Chaleur en J/g à 41h	Masse volumique en g/cm ³	Surface Blaine en cm ² /g	Stabilité en mm
1j	2j	7j	28j						
21	33	50	66	29.5	180	392	3.14	3900	1

Composition élémentaire (%)		Constituants (%)		Caractéristiques des constituants		
Perte au feu	1.6	Principaux		Nature	Caractéristiques	
SiO ₂	20.0	Clinker (K) de	96.5	Clinker (K)	CaO/SiO ₂	3.1
Al ₂ O ₃	4.7	<i>Beaucaire</i>		Beaucaire	C3S+C2S	80
Fe ₂ O ₃	2.8	Laitier (S)			MgO (%)	1.1
TiO ₂	0.3	Cendres (V)			C3S (%)	69
MnO	0.1	Calcaire (L ou LL)			C2S (%)	11
CaO	64.9	Fumées de silice (D)			C3A (%)	9
MgO	1.2				C4AF (%)	9
SO ₃	3.6	Secondaires		Laitier (S)	Laitier vitreux (%)	
K ₂ O	0.40	Calcaire (L ou LL)	3.5		(CaO+MgO)/SiO ₂	
Na ₂ O	0.10				CaO+MgO+SiO ₂ (%)	
P ₂ O ₅	0.2	Total	100.0	Cendres (V)	PF (%)	
S ²⁻	< 0,02				CaO réactive (%)	
Cl ⁻	0.01	Sulfate de calcium			SiO ₂ réactive (%)	
		Gypse	8.2	Calcaire	CaCO ₃ (%)	85.1
		Anhydrite		(L ou LL)	Adsorption bleu méthylène (g/100g)	0.5
Insoluble CEN	0.3	Additifs			TOC (%)	0.06
Na ₂ O éq. actif	0.40	Agent de mouture	0.025	Fumées	SiO ₂ amorphe (%)	
		Cloter F5903 (AXIM)		de silice (D)	PF (%)	
Colorimétrie (L*)	61	Agent réducteur	0.20		Aire massique BET (m ² /kg)	
		Sulfate de fer				

Mouture	
Broyeur(s)	5 et 6

Stockage	
Silo(s)	cf plan de silotage

Etablissement	Vrac	Ensachage
Usine de Beaucaire	Oui	Non

Ces valeurs ne sont données qu'à titre indicatif. Les résultats d'auto-contrôle sont disponibles sur demande à la Direction Commerciale Assistance et Prescription Clients



Siège social :
Rue des Technodes
78930 Guerville
Tél. : 01 34 77 78 00
Fax : 01 34 77 79 06

SAS au capital de 593 836 525 €
Siren 654 800 689 RCS Versailles

ANNEXE 4. Séparation de la zone d'interphase
❖ **Chargement de l'image de base et du calque correspondant**

%CHARGEMENT DE L'IMAGE

```

N=1 ;                                % Numéro d'image de base
fich = [" num2str(N) '.jpg'];         % Nom d'image de base
fichi = [" num2str(N) '.tif'];        % Nom d'image de calque
img = single(imread(fich));           % Charger l'image de base
imgm = imread(fichi);                 % Charger l'image de calque
img = (img ==0) + img;                % Prendre en compte la porosité noire

t1 = size(img,1);                     % Nombre de colonnes de l'image de base
t2 = size(img,2);                     % Nombre de lignes de l'image de base

```

❖ **Suppression de la légende (barre des paramètres de l'image de base)**

```

img = img(1:end-60,:);                %Enlever la légende concernant les
                                       paramètres d'installation du MEB de l'image
                                       de base.

```

La hauteur de la barre est égale à 60 pixels.

```

imgm = imgm(1:end-60,:);              % Enlever la partie correspondante à la
                                       légende de l'image de calque.

```

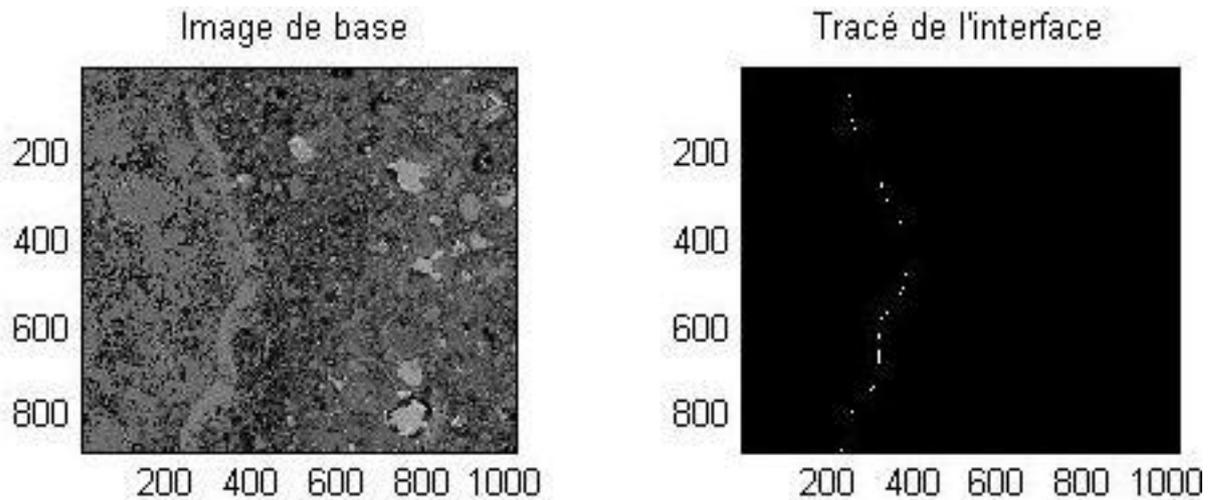


Figure A4. 1. Image de base et image de calque après avoir supprimé la légende.

❖ **Créer le masque de la zone d'interphase**

```
f = 100/375;           % Facteur de conversion d'un pixel en micron.

ep = 100;             % Choisir l'épaisseur de l'interphase en µm
E = round(ep/f);     % Epaisseur d'une bande de l'interphase en pixel

imgm0 = imgm;
imgm1 = imgm;

for n = 1:E           % Boucle permettant de décaler la ligne d'interface
                    et de grossir l'interphase.

    for i = 1:t1

        for j = 1:t2
            if imgm0(i,j) == 255
```

```

    imgm1(i,j+1) = 255;
end
end
end

imgm0 = imgm1;
end

```

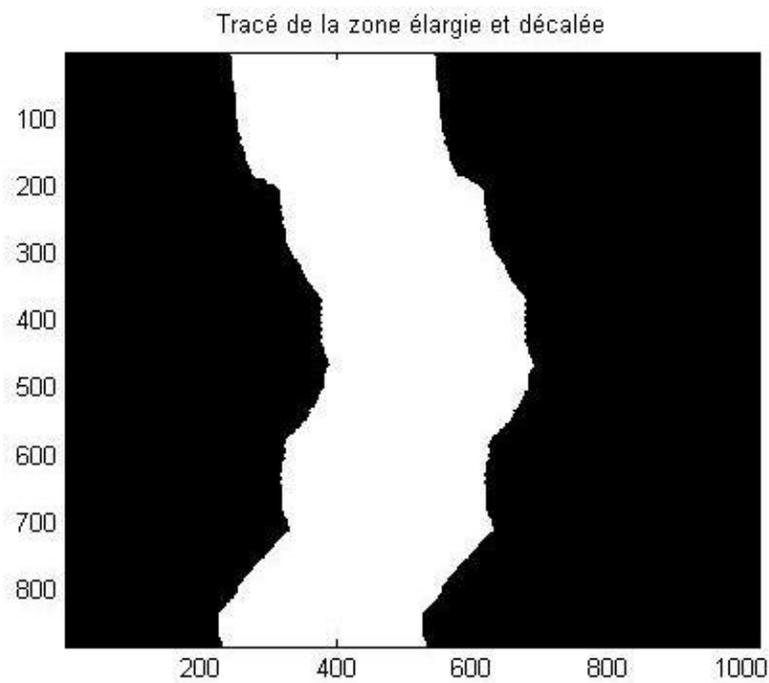


Figure A4. 2. Masque de l'interphase

❖ Isoler l'interphase

```
%MASQUAGE
```

```
img2 = img .* (imgm2 == 255);    % Prendre l'image sous le masque et mettre des zéros
                                % partout ailleurs
```

```
nbzeros = sum(sum(img2 == 0));    % Nombre des zéros de l'image de masque img2
```

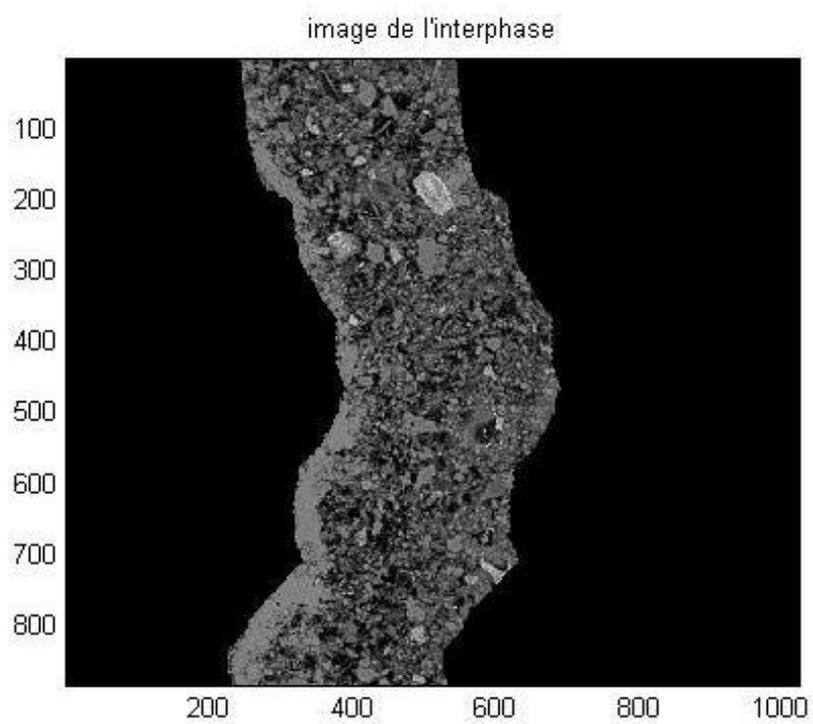


Figure A4. 3. Image de l'interphase

ANNEXE 5. Segmentation des phases par seuillage (en fonction des niveaux de gris)
❖ **Déclaration des phases initiales**

```
% DECLARATION DES PHASES INITIALES

s1 = seuil(N,1);           % Seuil des pores

s2 = seuil(N,2);           % Seuil des anhydres

ph1 = [2 s1];             % Phase 1 : zone des pores

ph2 = [s1+1 s2];          % Phase 2: zone des hydrates

ph3 = [s2+1 256];         % Phase 3 : zone des anhydres
```

❖ **Affichage des images de phases de l'interphase**

```
%IMAGES DE PHASES DE L'INTERPHASE

imgph1g = img2 >= ph1(1) & img2 <= ph1(2);           % Image de la phase 1

imgph2g = img 2>= ph2(1) & img 2<= ph2(2);           % Image de la phase 2

imgph3g = img2 >= ph3(1) & img 2<= ph3(2);           % Image de la phase 3

%FIGURE DE CONTROLE

figure(2)

subplot(2,2,1)                                           % Image de base

imagesc(img)

colormap gray

axis image
```

```
title('MEB')

xlabel('Nombre de pixels')

ylabel('Nombre de pixels')

subplot(2,2,2)

imagesc(imgph1g) % Image de phase 1 (PORES)

axis image

title('Phase 1 (PORES)')

subplot(2,2,3) % Image de phase 2 (HYDRATES)

imagesc(imgph2g)

axis image

title('Phase 2 (HYDRATES)')

subplot(2,2,4) % Image de phase 3 (ANHYDRES)

imagesc(imgph4g)%Phase 3 (ANHYDRES)

axis image

title('Phase 4 (ANHYDRES)')
```

ANNEXE 6. Quantifications des phases dans la zone d'interphase

%BOUCLE

for N = 1:30; *% Compteur des fichiers.*

❖ **Génération du nom des fichiers**

%GENERATION DU NOM FICHIER

fich = [" num2str(N) '.jpg']; *% N.jpg : image de base*

disp(['Analyse du fichier : ' fich ' en cours ...'])

fichi = [" num2str(N) '.tif']; *% N.tif : image de calque*

❖ **Chargement des images de bases et les calques correspondants**

% CHARGEMENT DES IMAGES

img = single(imread(fich)); *% Image de base*

img = (img == 0) + img; *% Prendre en compte la porosité noire*

imgm = imread(fichi); *% Image masque bleu*

imgm = imgm(:,:,1);

❖ **Suppression de la légende (barre des paramètres de l'image de base)**

%SUPPRIMER LA LEGENDE

img = img(1:end-60,:); *% Enlever la barre des paramètres de l'image de base*

imgm = imgm(1:end-60,:); *% Enlever la barre des paramètres de l'image de calque*

❖ **Grossissement de la ligne d'interphase vers la pâte de ciment (de gauche à droite) d'une épaisseur de E (en μm)**

```
%GROSSIR L'INTERFACE
```

```
t1 = size(img,1);           % Nombre de colonnes de l'image analysée
t2 = size(img,2);           % Nombre de lignes de l'image analysée
f = 100/375;                 % Facteur de conversion pour avoir des microns
E = round(10/f);             % Epaisseur d'interphase en pixel

imgm0 = imgm;
imgm1 = imgm;

for n = 1:E

    for i = 1:t1

        for j = 1:t2

            if imgm0(i,j) == 255

                imgm1(i,j+1) = 255;

            end

        end

    end

end

imgm0 = imgm1;

end
```

❖ **Décalage de la bande d'épaisseur E jusqu'à la fin de la zone d'interphase**

```
%DECALAGE DU MASQUE
```

```
for D = 1:E:300;           % Épaisseur de la zone d'interphase : 300 pixels (80µm)
```

```
imgm2 = zeros(size(imgm1,1),size(imgm1,2)+D);
```

```
imgm2(:,end-1023:end) = imgm1;
```

```
imgm2 = imgm2(:,1:1024);    % Masque décalé
```

```
% MASQUAGE
```

```
img2 = img .* (imgm2 == 255); % Prendre l'image sous le masque et mettre des zéros partout ailleurs
```

```
nbzeros = sum(sum(img2 == 0));
```

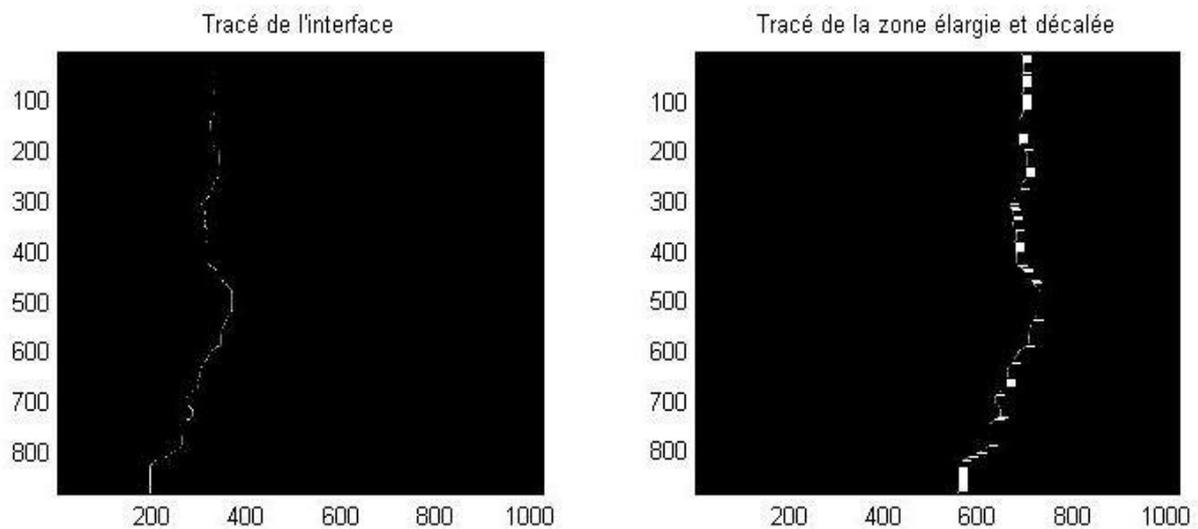


Figure A6. 1. Elargissement et décalage de la ligne d'interface

```
imgph3 = img2 >= ph3(1) & img2 < ph3(2); % Image de la phase 3(ANHYDRES)
```

Phases générales dans la zone d'interphase

```
% IMAGES DES PHASES GENERALES
```

```
imgph1g = img >= ph1(1) & img < ph1(2); % Image de la phase 1
```

```
imgph2g = img >= ph2(1) & img < ph2(2); % Image de la phase 2
```

```
imgph3g = img >= ph3(1) & img < ph3(2); % Image de la phase 3
```

❖ Enregistrer les proportions des phases

Proportions des phases locales

```
% ENREGISTRER LES RESULTATS LOCAUX
```

```
lesres = [D pph1 pph2 pph3]';
```

```
res = [res lesres];
```

Proportions des phases générales

```
% ENREGISTRER LES RESULTATS GENERAUX
```

```
if N == 1
```

```
    resg = res;
```

```
else
```

```
    resg = [resg ; res];
```

```
end
```

❖ Calcul des moyennes de phases de l'ensemble d'images analysées et affichage des diagrammes

Calcul des moyennes de phases

% PHASE 1

moyph1 = mean(resg(2:4:end,2:end)); % Moyenne de phase 1 (POROSITE)

% PHASE 2

moyph2 = mean(resg(3:4:end,2:end)); % Moyenne de phase 2 (HYDRATES)

% PHASE 3

moyph3 = mean(resg(4:4:end,2:end)); % Moyenne de phase 3 (ANHYDRES)

Affichage des diagrammes de moyennes des phases

% PROPORTIONS DES PHASES

figure(6)

subplot(3,1,1)

plot(X+E/2*f,moyph1*100) % PHASE 1

xlim([0 80])

xlabel('Distance au grain (µm)')

ylabel('PORES > 0,27 µm (%)')

subplot(3,1,2)

plot(X+E/2*f,moyph2*100) % PHASE 2

xlim([0 80])

```
xlabel('Distance au grain ( $\mu\text{m}$ )')
```

```
ylabel('HYDRATES (%)')
```

```
subplot(3,1,3)
```

```
plot(X+E/2*f,moyph3*100)
```

% PHASE 3

```
xlim([0 80])
```

```
xlabel('Distance au grain ( $\mu\text{m}$ )')
```

```
ylabel('ANHYDRES (%)')
```

ANNEXE 7. Résistances en traction et au cisaillement des composites « roche-pâte de ciment » de rapport E/C=0,55

❖ **Résistance en traction**

Humidité	Etat de surface	Roche	Nomination	Moyenne (MPa)	Ecart-type (MPa)	Max (MPa)	Min (MPa)
Sèche (S)	Brut de sciage (B)	CR	CR055SB7	1,22	0,09	1,31	1,13
		CG	CG055SB7	1,36	0,06	1,43	1,30
		BA	BA055SB7	1,28	0,10	1,38	1,18
		CB	CB055SB7	1,12	0,08	1,20	1,04
	Poli (P)	CR	CR055SP7	0,95	0,10	1,05	0,84
		CG	CG055SP7	1,19	0,07	1,26	1,12
		BA	BA055SP7	1,12	0,10	1,22	1,01
		CB	CB055SP7	0,98	0,07	1,04	0,91

Tableau A7. 1. Résistances en traction des composites des quatre roches à l'état sec à 7 jours

Humidité	Etat de surface	Roche	Nomination	Moyenne (MPa)	Ecart-type (MPa)	Max (MPa)	Min (MPa)
Sèche (S)	Brut de sciage (B)	CR	CR055SB28	1,45	0,13	1,58	1,31
		CG	CG055SB28	1,75	0,06	1,81	1,68
		BA	BA055SB28	1,56	0,14	1,71	1,42
		CB	CB055SB28	1,37	0,06	1,42	1,31
	Poli (P)	CR	CR055SP28	1,19	0,06	1,25	1,13
		CG	CG055SP28	1,46	0,09	1,56	1,37
		BA	BA055SP28	1,38	0,11	1,49	1,27
		CB	CB055SP28	1,24	0,04	1,28	1,19

Tableau A7. 2. Résistances en traction des composites des quatre roches à l'état sec à 28 jours

Etat de surface	Ages (jours)	Humidité	Nomination	Moyenne (MPa)	Ecart-type (MPa)	Max (MPa)	Min (MPa)
Brut de sciage (B)	7	Sèche (S)	CG055SB7	1,36	0,06	1,43	1,30
		Imbibée (I)	CG055IB7	1,26	0,07	1,33	1,19
	28	Sèche (S)	CG055SB28	1,75	0,06	1,81	1,68
		Imbibée (I)	CG055IB28	1,58	0,07	1,65	1,52

Tableau A7. 3. Résistances en traction des composites de calcaire gris à l'état imbibé en relation avec celles de calcaire gris à l'état sec

Etat de surface	Ages (jours)	Humidité	Nomination	Moyenne (MPa)	Ecart-type (MPa)	Max (MPa)	Min (MPa)
Brut de sciage (B)	7	Sèche (S)	CB055SB7	1,12	0,08	1,20	1,04
		Imbibée (I)	CB055IB7	1,00	0,07	1,07	0,93
	28	Sèche (S)	CB055SB28	1,37	0,06	1,42	1,31
		Imbibée (I)	CB055IB28	1,19	0,05	1,24	1,15

Tableau A7. 4. Résistances en traction des composites de calcaire beige à l'état imbibé en relation avec celles de calcaire beige à l'état sec

❖ Résistance au cisaillement

Humidité	Etat de surface	Roche	Nomination	Moyenne (MPa)	Ecart-type (MPa)	Max (MPa)	Min (MPa)
Sèche (S)	Brut de sciage (B)	CR	CR055SB7	1,87	0,13	2,00	1,75
		CG	CG055SB7	2,01	0,06	2,07	1,95
		BA	BA055SB7	2,02	0,06	2,08	1,96
		CB	CB055SB7	1,79	0,13	1,92	1,67
	Poli (P)	CR	CR055SP7	1,42	0,10	1,52	1,32
		CG	CG055SP7	1,71	0,13	1,84	1,58
		BA	BA055SP7	1,53	0,13	1,66	1,40
		CB	CB055SP7	1,47	0,06	1,54	1,41

Tableau A7. 5. Résistances au cisaillement des composites des quatre roches à l'état sec à 7 jours

Humidité	Etat de surface	Roche	Nomination	Moyenne (MPa)	Ecart-type (MPa)	Max (MPa)	Min (MPa)
Sèche (S)	Brut de sciage (B)	CR	CR055SB28	2,26	0,14	2,40	2,13
		CG	CG055SB28	2,39	0,13	2,52	2,26
		BA	BA055SB28	2,38	0,17	2,55	2,21
		CB	CB055SB28	2,13	0,09	2,22	2,04
	Poli (P)	CR	CR055SP28	1,67	0,14	1,80	1,53
		CG	CG055SP28	1,93	0,14	2,06	1,79
		BA	BA055SP28	1,87	0,10	1,96	1,77
		CB	CB055SP28	1,67	0,16	1,83	1,50

Tableau A7. 6. Résistances au cisaillement des composites des quatre roches à l'état sec à 28 jours

Etat de surface	Agés (jours)	Humidité	Nomination	Moyenne (MPa)	Ecart-type (MPa)	Max (MPa)	Min (MPa)
Brut de sciage (B)	7	Sèche (S)	CG055SB7	2,01	0,06	2,07	1,95
		Imbibée (I)	CG055IB7	1,76	0,15	1,91	1,61
	28	Sèche (S)	CG055SB28	2,39	0,13	2,52	2,26
		Imbibée (I)	CG055IB28	2,16	0,11	2,26	2,05

Tableau A7. 7. Résistances au cisaillement des composites de calcaire gris à l'état imbibé en relation avec celles de calcaire gris à l'état sec

Etat de surface	Agés (jours)	Humidité	Nomination	Moyenne (MPa)	Ecart-type (MPa)	Max (MPa)	Min (MPa)
Brut de sciage (B)	7	Sèche (S)	CB055SB7	1,79	0,13	1,92	1,67
		Imbibée (I)	CB055IB7	1,50	0,07	1,57	1,44
	28	Sèche (S)	CB055SB28	2,13	0,09	2,22	2,04
		Imbibée (I)	CB055IB28	1,86	0,12	1,98	1,73

Tableau A7. 8. Résistances au cisaillement des composites de calcaire beige à l'état imbibé en relation avec celles de calcaire beige à l'état sec

❖ **Relation entre les résistances mécaniques des mortiers et celles des composites de rapport E/C=0,55**

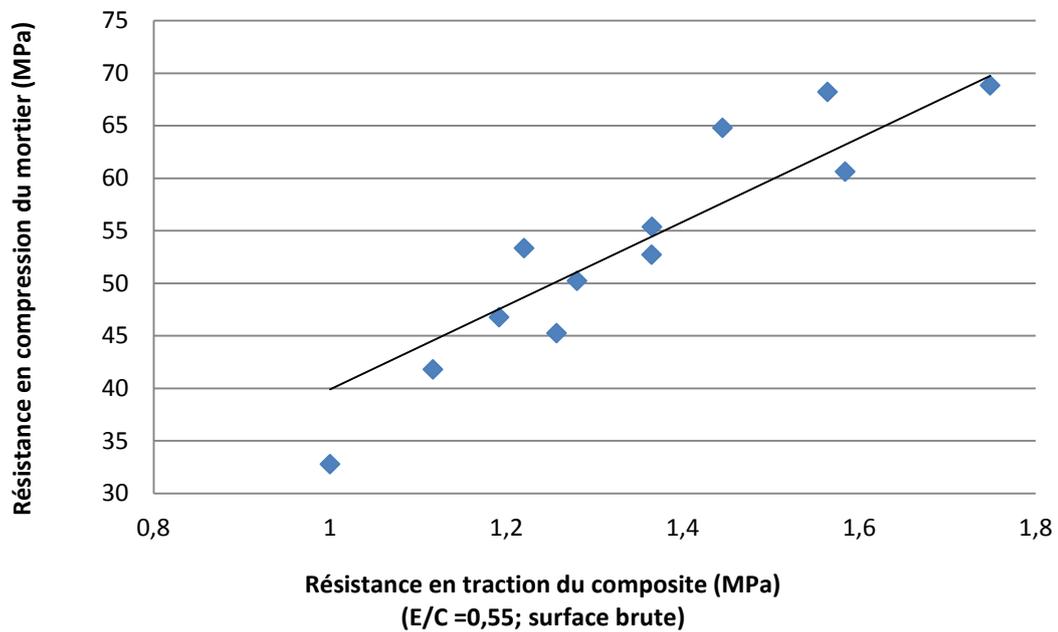


Figure A7. 1. Relation entre les résistances en traction des composites (E/C = 0,55; roche à la surface brute) avec les résistances en compression des mortiers

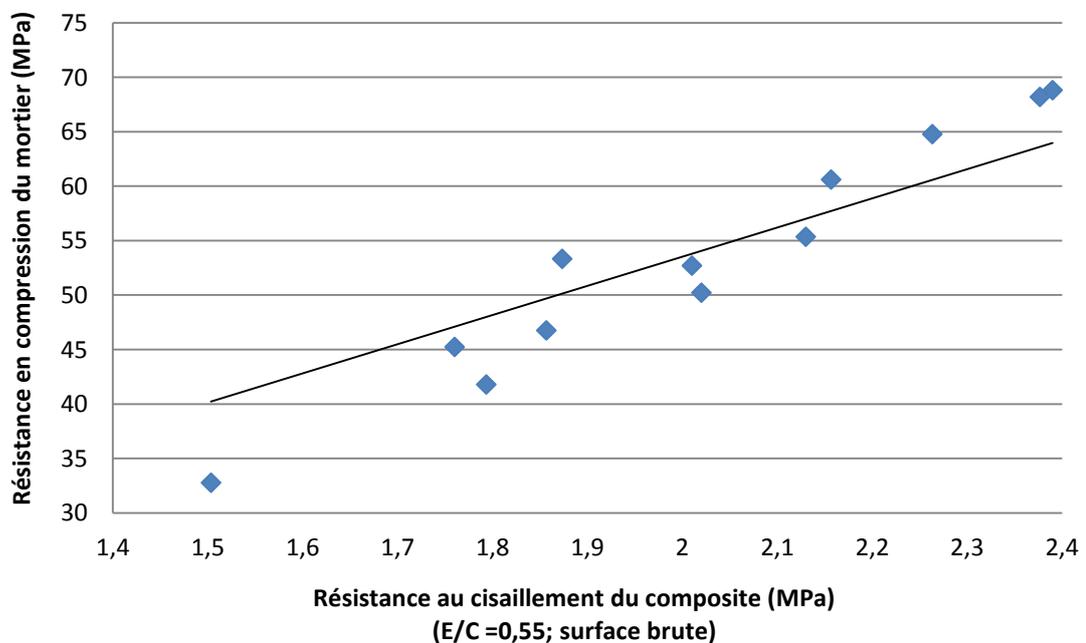


Figure A7. 2. Relation entre les résistances au cisaillement des composites (E/C = 0,55; roche à la surface brute) avec les résistances en compression des mortiers

ANNEXE 8. Rapport E/C initial et degré d'hydratation calculés par le modèle de Powers

CR sec 7 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	24	19	17	16	15
F(hydrates) (%)	71	75	75	73	73
F(anhydres) (%)	5	6	9	11	12
E/C initial	0,46	0,41	0,38	0,36	0,35
α (%)	87	85	81	78	76

Tableau A8. 1. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sec à 7 jours

CR sec 28 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	12	10	8	8	8
F(hydrates) (%)	86	88	89	90	89
F(anhydres) (%)	2	3	3	2	3
α (%)	97	95	94	95	94

Tableau A8. 2. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sec à 28 jours

CR sursaturé 7 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	26	21	19	17	17
F(hydrates) (%)	70	74	73	73	72
F(anhydres) (%)	4	5	8	10	11
E/C initial	0,49	0,44	0,40	0,37	0,36
α (%)	89	87	81	78	76

Tableau A8. 3. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sursaturé à 7 jours

CR sursaturé 28 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	14	12	10	9	9
F(hydrates) (%)	85	86	87	88	89
F(anhydres) (%)	2	2	3	3	2
α (%)	96	96	94	94	97

Tableau A8. 4. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire rose sursaturé à 28 jours

BA sec 7 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	25	21	18	16	16
F(hydrates) (%)	70	70	71	73	72
F(anhydres) (%)	5	9	10	11	12
E/C initial	0,48	0,41	0,37	0,35	0,35
α (%)	87	79	77	76	75

Tableau A8. 5. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de basalte sec à 7 jours

BA sec 28 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	12	9	9	8	7
F(hydrates) (%)	87	89	88	88	89
F(anhydres) (%)	1	2	3	4	4
α (%)	97	95	93	92	92

Tableau A8. 6. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de basalte sec à 28 jours

BA sursaturé 7 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	27	23	19	17	17
F(hydrates) (%)	68	69	72	73	70
F(anhydres) (%)	5	7	9	10	12
E/C initial	0,51	0,44	0,39	0,37	0,36
α (%)	88	82	80	78	74

Tableau A8. 7. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de basalte sursaturé à 7 jours

BA sursaturé 28 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	13	11	10	9	8
F(hydrates) (%)	86	88	88	88	88
F(anhydres) (%)	1	2	3	3	3
α (%)	97	96	94	94	93

Tableau A8. 8. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de basalte sursaturé à 28 jours

CG sec 7 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	22	19	16	15	14
F(hydrates) (%)	73	74	74	75	76
F(anhydres) (%)	6	7	10	10	11
E/C initial	0,44	0,41	0,37	0,35	0,34
α (%)	87	83	79	79	78

Tableau A8. 9. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris sec à 7 jours

CG sec 28 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	12	11	9	9	9
F(hydrates) (%)	86	87	87	87	87
F(anhydres) (%)	2	3	4	4	5
α (%)	96	94	92	92	90

Tableau A8. 10. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris sec à 28 jours

CG sursaturé 7 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	28	27	25	23	21
F(hydrates) (%)	69	69	70	71	72
F(anhydres) (%)	3	4	5	6	7
E/C initial	0,53	0,51	0,48	0,45	0,43
α (%)	91	89	87	86	84

Tableau A8. 11. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris sursaturé à 7 jours

CG sursaturé 28 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	20	17	14	11	11
F(hydrates) (%)	79	82	85	87	87
F(anhydres) (%)	1	1	1	2	2
α (%)	99	98	97	96	95

Tableau A8. 12. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire gris sursaturé à 28 jours

CB sec 7 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	21	20	18	16	15
F(hydrates) (%)	73	73	73	75	76
F(anhydres) (%)	5	7	9	9	10
E/C initial	0,44	0,42	0,39	0,37	0,36
α (%)	87	84	81	81	80

Tableau A8. 13. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige sec à 7 jours

CB sec 28 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	15	11	9	7	7
F(hydrates) (%)	82	85	87	87	86
F(anhydres) (%)	3	4	4	5	7
α (%)	93	91	91	89	86

Tableau A8. 14. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige sec à 28 jours

CB sursaturé 7 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	30	29	28	27	25
F(hydrates) (%)	67	67	67	67	68
F(anhydres) (%)	4	4	6	6	7
E/C initial	0,55	0,53	0,50	0,49	0,46
α (%)	90	89	86	85	83

Tableau A8. 15. Rapport E/C initial et degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige sursaturé à 7 jours

CB sursaturé 28 jours					
Distance au grain (μm)	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60
F(pores) (%)	22	18	15	14	13
F(hydrates) (%)	76	79	82	83	82
F(anhydres) (%)	2	3	3	3	5
α (%)	95	93	93	92	89

Tableau A8. 16. Degré d'hydratation de la zone d'interphase du mortier de calcaire beige sursaturé à 28 jours

Tien Dung NGUYEN

STUDY OF THE INTERFACIAL TRANSITION ZONE “POROUS LIMESTONE AGGREGATES-CEMENT PASTE”: INFLUENCE OF PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF AGGREGATES; CONSEQUENCE ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF MORTAR.

Specialty: Materials Science and Engineering

Keywords: Cement, Mortar, Interphase, Interface, ITZ, Rock, Aggregate, Porosity, Moisture content, Roughness, Mechanics, Microstructure, SEM.

Abstract:

The aim of this study was to relate the characteristics of interfacial transition zone (ITZ) "aggregate-cement paste" to the characteristics of porosity, water absorption, resistance and roughness of porous limestones.

The first part of this work was to study the influence of moisture content and resistance of aggregates on the mechanical strength of mortars. The results show that, for porous and absorbent limestones, mortars made from dry aggregates are more resistant than those made from wet aggregates.

The second part of this work was to study the ITZ of composites "rock-cement paste". It was found that the surface roughness and the moisture content of rocks significantly affect the tensile and shear strengths of composites.

The last part is devoted to the microstructure of ITZ by image analysis. The evolution of average porosity of ITZ is related to the mechanical properties of mortars by Féret's law demonstrating that the compressive strength depends mainly on the mesoporosity of ITZ. The porosity gradient is related to the degree of hydration gradient and the W/C ratio gradient. These latter two are calculated by applying Powers' model. The results show that for porous and absorbent limestones, the cement pastes and the ITZs of dry and wet aggregates mortars are not equivalent although initially we aimed to the same W/C ratio.

Tien Dung NGUYEN

ETUDE DE LA ZONE D'INTERPHASE « GRANULATS CALCAIRES POREUX-PATE DE CIMENT » : INFLUENCE DES PROPRIETES PHYSICO-MECANQUES DES GRANULATS ; CONSEQUENCE SUR LES PROPRIETES MECANQUES DU MORTIER.

Spécialité: Sciences et Génie des matériaux

Mots clefs : Ciment, Mortier, Interphase, Interface, ITZ, Roche, Granulat, Porosité, Teneur en eau, Rugosité, Mécanique, Microstructure, MEB.

Résumé :

Ce travail vise à mettre en relation les caractéristiques de la zone d'interphase « granulat-pâte de ciment » avec les caractéristiques de porosité, d'absorption d'eau, de dureté et de rugosité de calcaires poreux.

La première partie de ce travail a consisté à étudier l'influence de la teneur en eau et de la dureté des granulats sur la résistance mécanique de mortiers. Les résultats montrent que, pour des calcaires poreux et absorbants, les mortiers fabriqués à partir de granulats à l'état sec sont plus résistants que ceux fabriqués à partir de granulats à l'état sursaturé.

La deuxième partie de ce travail a consisté à étudier l'adhésion « roche-pâte de ciment ». Il a été constaté que la rugosité et l'état de saturation de la roche affectent significativement les résistances en traction et au cisaillement des composites.

La dernière partie est consacrée à l'étude de la microstructure de la zone d'interphase par la technique d'analyse d'images. L'évolution de la porosité moyenne de la zone d'interphase est liée aux propriétés mécaniques des mortiers par la relation de Féret démontrant ainsi que la résistance à la compression dépend principalement de la mésoporosité de l'interphase. Le gradient de porosité est mis en relation avec le gradient de degré d'hydratation et le gradient de rapport E/C. Ces deux derniers sont calculés en appliquant le modèle de Powers. Les résultats obtenus montrent que pour des calcaires poreux et absorbants, la pâte de ciment et la zone d'interphase des mortiers de granulats secs et de granulats sursaturés ne sont pas équivalentes alors qu'initialement on visait le même rapport E/C.