

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID - TLEMCEM  
FACULTE DE TECHNOLOGIE  
DEPARTEMENT DE GENIE CIVIL

MEMOIRE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE  
MAGISTER EN GENIE CIVIL

OPTION : MATERIAU BETON

*Présenté et soutenu le 15 / 12 / 2012 par :*

Mr MORO Rafie Falih

APPROCHE DE PERFORMANCE POUR LA DURABILITE DES  
BETONS EXPOSES A LA CARBONATATION

Jury De SOUTENANCE

M <sup>r</sup> A. MEGNOUNIF	Pr	Univ. Tlemcen	Président
M <sup>r</sup> M. MEGHACHOU	Pr	Univ. Sidi-Bel-Abbes	Examineur
M <sup>r</sup> A. BEZZAR	MCA	Univ. Tlemcen	Examineur
M <sup>r</sup> F. GHOMARI	Pr	Univ. Tlemcen	Encadreur
M <sup>r</sup> M.A. BOUKLI HACENE	MCA	Univ. Tlemcen	Encadreur

A la mémoire de mon père...

de ma sœur Assia ...

de ma mère.

# Remerciements

Je présente mes remerciements respectueux à Monsieur GHOMARI Fouad, Professeur à l'université de Tlemcen, pour l'honneur qu'il m'a fait d'encadrer ce travail, pour ses grandes qualités pédagogiques, pour sa rigueur scientifique, pour l'aide précieuse et l'intérêt constant qu'il a bien voulu montrer pour mener à bien ce travail.

Je remercie Monsieur BOUKLI HACENE Sidi Mohammed El Amine, Maître de conférences à l'université de Tlemcen, pour son écoute, pour son aide et l'intérêt qu'il a porté à ce travail, qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Monsieur MEGNOUNIF Abdellatif, Professeur à l'université de Tlemcen, Président de jury, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury de soutenance.

Messieurs MEGHACHOU Mourad, Professeur à l'université de Sidi Bel Abbès et BEZZAR Abdelillah Maître de conférences à l'université de Tlemcen, pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'examiner ce travail.

Je voudrais aussi exprimer ma reconnaissance à Monsieur Ahmed LOUKILI, Professeur à l'école centrale de Nantes de m'avoir accueilli et permis de réaliser une partie de mon travail au laboratoire génie civil et mécanique (GeM), ainsi qu'à monsieur Emmanuel ROZIERE et mademoiselle Aveline DARQUENNES pour leur assistance au laboratoire.

Je tiens à remercier tous mes enseignants qui ont contribué à ma formation et d'une façon distinguée monsieur CHERIF BENMOUSSA Yazid.

Je remercie tous mes amis qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail en particulier monsieur TALEB Omar.

Je voudrais également citer et remercier d'une façon très chaleureuse ma femme qui a cru en moi et qui n'a pas cessé de m'encourager et à mes enfants, *Assia, Akram et Ines* à qui j'ai pris beaucoup de leur temps.

Je ne saurai tourner cette page sans adresser mes affectueux remerciements à tous mes frères et sœurs et en particulier *Latifa* pour avoir été toujours là pour mes enfants.

# Sommaire

<b>INTRODUCTION GENERALE</b> .....	12
<b>CHAPITRE 1. Etat de l'art sur la carbonatation des ouvrages en béton armé</b> .....	14
1.1. INTRODUCTION.....	15
1.2. NOTION DE DURABILITE DES BETONS.....	15
1.3. GENERALITES SUR LE PHENOMENE DE CARBONATATION .....	16
1.3.1. Description du phénomène :.....	16
1.3.2. Schéma phénoménologique :.....	16
1.4. GENERALITES SUR LE CIMENT HYDRATE.....	19
1.4.1. Les constituants des ciments .....	19
1.4.2. L'hydratation du ciment et son mécanisme.....	20
1.4.3. Les transferts hydriques dans un matériau cimentaire .....	24
1.5. CARBONATATION.....	26
1.5.1. Carbonatation des hydrates de la pâte de ciment ou du béton.....	26
1.5.2. Carbonatation de la portlandite (CH).....	26
1.5.3. Carbonatation des silicates de calcium hydratés .....	27
1.5.4. Carbonatation des aluminates.....	290
1.5.5. Conséquence de la carbonatation sur le béton.....	301
1.5.6. Conséquence de la carbonatation sur le béton armé.....	30
1.5.7. Facteurs influençant le degré de carbonatation .....	34
1.6. MISE EN EVIDENCE DE LA CARBONATATION .....	45
1.6.1. Vieillessement accéléré.....	46
1.6.2. Mesure de la profondeur de carbonatation.....	47
1.7. AVANCEE DE LA NORMALISATION ET MODELISATION (Démarches performantielle et prédictive).....	48
1.7.1. Indicateurs physico-chimiques performantiels de durabilité.....	48
1.7.2. Conditions d'exposition selon la norme européenne EN 206-1 .....	51
1.7.3. Principe de l'approche performantielle. ....	53
1.8. CONCLUSIONS .....	55
<b>CHAPITRE 2. Présentation de la campagne expérimentale : matériaux, techniques et méthodes</b> .....	57
2.1. INTRODUCTION.....	58
2.2. MATERIAUX ET FORMULATION .....	58
2.2.1 Matériaux .....	58
2.2.2 Formulation .....	61
2.3. PROCEDURES EXPERIMENTALES.....	66
2.3.1 Mesure de la masse volumique apparente.....	66
2.3.2 Essai de résistance à la compression .....	66

2.3.3	Mesure de la porosité accessible à l'eau.....	66
2.3.4	Essais de carbonatation accélérée.....	68
2.3.5	Carbonatation naturelle .....	73
2.4.	CONCLUSION .....	74
	<b>CHAPITRE 3. Résultats expérimentaux et interprétation .....</b>	<b>75</b>
3.1.	VARIATION DE MASSE VOLUMIQUE ET DE POROSITE.....	76
3.2.	INFLUENCE DE LA QUANTITE DES ADDITIONS.....	77
3.3.	POROSITE DE LA PÂTE .....	79
3.4.	RESISTANCE A LA COMPRESSION.....	80
3.5.	TENEUR EN EAU ET HUMIDITE RELATIVE.....	82
3.6.	PROPRIETES HYDRIQUES ET DE TRANSPORT .....	83
3.6.1.	Teneur en eau et humidité relative .....	83
3.7.	ESSAI DE CARBONATATION ACCELEREE .....	85
3.7.1.	Profondeur carbonatée.....	85
3.7.2.	Carbonatation et porosité.....	86
3.8.	Carbonatation naturelle .....	88
3.8.1.	Carbonatation naturelle des bétons.....	88
3.8.2.	Comparaison carbonatation naturelle et accélérée .....	89
3.9.	CONCLUSION .....	91
	<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>93</b>
	<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>95</b>

# Liste des figures

## Chapitre 1.

Figure 1. 1 Concentration en CO <sub>2</sub> dans la phase gazeuse en fonction de la fraction volumique $\alpha_{CO_2}$ (à 20° C et sous une pression atmosphérique de 105 Pa) [Thiery, 2005] .....	17
Figure 1. 2 Concentration du système des carbonates (H <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> et CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> ) en fonction du pH (à 20°C et à l'équilibre) (Thiery, 2005).....	18
Figure 1. 3 Cristaux de portlandite observé au Microscope Electronique à Balayage .....	20
Figure 1. 4 Vue au microscope électronique à balayage de C-S-H dans une pâte de ciment hydratée [Guillon, 2004].....	21
Figure 1. 5 Observations au microscope électronique à balayage d'ettringite massive dans des pâtes de ciment et en aiguille dans un béton [Guillon, 2004] .....	22
Figure 1. 6 Courbes de distribution de la porosité pour des pâtes de ciment à rapport E/C de 0.35, 0.65 et 0.80 [Verbeck et Helmuth, 1968].....	23
Figure 1. 7 Morphologie du C-S-H. Image MEB de C-S-H poussant à la surface de grains d'alite .....	23
Figure 1. 8 Schématisation de la structure des C – S – H, d'après R. Feldman et P. Sereda.....	24
Figure 1. 9 Différentes formes d'eau dans un matériau cimentaire [Delmi 2004].....	24
Figure 1. 10 Schéma général d'une isotherme de sorption d'un béton ordinaire à température ambiante .....	25
Figure 1. 11 Mécanisme de carbonatation de la portlandite [Thiery, 2005].....	27
Figure 1. 12 Impact de la carbonatation sur la minéralogie d'une pâte de ciment modèle à 25° C et à saturation sous PCO <sub>2</sub> atmosphérique. La distribution des phases solides est fonction de la quantité de CO <sub>2</sub> absorbé : le diagramme représente la séquence des zones ; mais pas leur épaisseur réelle [Glasser & Matschei, 2007] .....	28
Figure 1. 13 Progression de la carbonatation (Oxand, 2002).....	31
Figure 1. 14 Exemples de corrosion par carbonatation et d'éclatement de béton d'enrobage [(1) et (2) source <a href="http://fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:Betanrot_Hippodroom.JPG">http://fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:Betanrot_Hippodroom.JPG</a> , (3) et (4) Dak, 2009].....	31
Figure 1. 15 Gradient de pH en fonction de la profondeur carbonatée [Baron, Ollivier, 1992].....	32
Figure 1. 16 Evolution du comportement des armatures et du béton d'enrobage [Tuutti, 1982].....	33
Figure 1. 17 Volume relatif des produits d'oxydation du fer [Al Hajjar, 2008].....	34
Figure 1. 18 Influence du rapport E/C sur la carbonatation des pâtes de ciment [Baroghel-Bouny, 2004] .....	35
Figure 1. 19 Relation entre épaisseur carbonatée et dosage en ciment [Duval, 1992].....	35
Figure 1. 20 Influence de la nature du ciment sur la profondeur de carbonatation (mm) dans le cas d'essais accélérés (100% CO <sub>2</sub> , 65%HR, 20°C) à échéance d'1 mois [Ounoughi et col, 2000 et Drouet, 2010]. .....	36
Figure 1. 21 Résultats expérimentaux et modèle prédictif de profondeur de carbonatation avec substitution de quantité de fumée de silice et de cendre volante. La partie droite du graphe concerne la substitution des agrégats et la partie gauche du graphe la substitution du ciment [Papadakis, 2000] .....	37
Figure 1. 22 Variation de la porosité et de la masse volumique des mortiers additionnés de filler .....	38
Figure 1. 23 Résistance à la compression des mortiers additionnés de filler [Benachour et col, 2008].....	38
Figure 1. 24 Profondeur de carbonatation en fonction du temps pour un béton ayant subi une cure pendant 0, 1, 3, 5, 7 et 28 jours [Fattuhi, 1988] .....	39
Figure 1. 25 Sensibilité des bétons aux cendres à la durée de cure humide. Essai accéléré [Burden, 2006] .....	40
Figure 1. 26 Influence du mode de conservation sur la profondeur de carbonatation [Younsi et col, 2010].....	40
Figure 1. 27 Effet de paroi au voisinage d'un coffrage [Sadouki, 1987].....	41
Figure 1. 28 Impact de la température sur les profondeurs carbonatées de mortier à base d'un ciment portland ordinaire à base de filler calcaire CEM II 42,5 [Drouet, 2010] .....	42

Figure 1. 29 Influence de la teneur en dioxyde de carbone sur la carbonatation [Nischer, 1984 et Hyvert, 2009]	42
Figure 1. 30 Profondeur carbonatée estimée par projection de phénolphthaléine en fonction du temps et de la concentration en CO <sub>2</sub> . Résultats obtenus sur béton à base de CEMI carbonaté à 20°C et 65% d'HR [Yoon et col, 2007]	43
Figure 1. 31 Vitesse de carbonatation en fonction de l'humidité relative [Venuat, 1978]	44
Figure 1. 32 Comparaison de la profondeur de carbonatation d'un béton avec superplastifiant et d'un même béton sans superplastifiant [Dak., 2009]	44
Figure 1. 33 Vitesse de diffusion du dioxyde de carbone et vitesse de carbonatation en fonction de l'humidité relative [Oxand, 2002]	45
Figure 1. 34 Schéma d'une station de carbonatation accélérée [Olivier et col. 2007]	46
Figure 1. 35 Section d'éprouvette 7x7x28 cm <sup>3</sup>	47
Figure 1. 36 Forme d'un front de carbonatation [Thiery, 2005]	48
Figure 1. 37 Calage de la loi d'évolution du coefficient de diffusion au CO <sub>2</sub> en fonction de la porosité $\square$ et du taux de saturation S [mesures sur mortiers tirées de Papadakis et col, 1991b]	50

## Chapitre 2.

Figure 2. 1 Malaxeur d'une capacité de 125 litres	64
Figure 2. 2 Moule cylindrique 16x32 (cm)	64
Figure 2. 3 Moule prismatique 7x7x28 (cm)	65
Figure 2. 4 Cure des éprouvettes (immersion totale dans l'eau)	65
Figure 2. 5 Dispositif utilisé pour mesurer de la porosité accessible à l'eau : Dessiccateur et pompe à vide	67
Figure 2. 6 Enceinte de carbonatation accélérée	69
Figure 2. 7 Préparation des éprouvettes	69
Figure 2. 8 Ecran de contrôle de la température et du taux d'humidité relative à l'intérieur de l'enceinte	69
Figure 2. 9 Schéma du cycle de séchage en étuve programmable en T et HR [Dak, 2009]	71
Figure 2. 10 Enceinte climatique assurant l'homogénéisation	72
Figure 2. 11 Mise en évidence de l'épaisseur carbonatée par la solution de phénolphthaléine	73
Figure 2. 12 Principe de mesure de l'épaisseur carbonatée sur éprouvette 7/7/28	73

## Chapitre 3.

Figure 3. 1 Variation de la porosité initiale des bétons en fonction du taux de fillers	76
Figure 3. 2 Variation de la masse volumique des bétons en fonction du taux de fillers	76
Figure 3. 3 Composition des bétons	77
Figure 3. 4 Variation théorique de la porosité P, des bétons durcis en fonction du taux de substitution du ciment par le filler calcaire (matériau inerte)	78
Figure 3. 5 Contribution des fillers calcaires à la porosité des bétons étudiés	79
Figure 3. 6 La perte de résistance due à la substitution du ciment par du filler calcaire selon le rapport A/(A+C) confirmée par la porosité ramenée au volume de pâte	80
Figure 3. 7 Résistance en compression à 28 jours des bétons étudiés	81
Figure 3. 8 Suivi de la perte de masse des échantillons de bétons	83
Figure 3. 9 Isothermes de désorption obtenues par la teneur en eau à T=23°C et à HR=65% des cinq bétons	84
Figure 3. 10 Illustration des types de transfert d'humidité associés et possibles	85
Figure 3. 11 Carbonatation accélérée à 2 jours sur les bétons BO, BO1, BO2, BO3 et BO4	86
Figure 3. 12 Profondeurs carbonatées après 2 jours d'essai accéléré	86

Figure 3. 13 Profondeur carbonatée et porosité (après 2 jours d'essai accéléré).....	87
Figure 3. 14 Gain de masse après 2 jours de carbonatation accélérée.....	88
Figure 3. 15 Carbonatation naturelle à 9 mois (1ère ligne) et 20 mois (2ème ligne) .....	89
Figure 3. 16 Profondeurs de carbonatation naturelle et accélérée. ....	89
Figure 3. 17 Profondeur de carbonatation mesurée par projection de phénolphtaléine.....	90
Figure 3. 18 Profondeur de carbonatation accélérée et naturelle. ....	90



# Liste des tableaux

Tableau 1. 1 Caractéristiques du dioxyde de carbone en phase gazeuse et en phase liquide [Chaussadent, 1999]	19
Tableau 1. 2 Volume molaire de la calcite, de la vaterite, de l'aragonite et de la portlandite.....	29
Tableau 1. 3 Extrait du Tableau 1 de la norme européenne EN 206-1.....	52
Tableau 1. 4 Extrait du tableau F.1 et de l'annexe F de la norme EN 206-1.....	52
Tableau 1. 5 Valeurs limites proposées pour les indicateurs de durabilité [Baroghel-Bouny et col, 2004].....	54
Tableau 1. 6 Notes associées au tableau précédent [Baroghel-Bouny et col. AFGC, 2004].....	54
Tableau 1. 7 Exigences relatives à la composition et aux propriétés en fonction de la classe d'exposition. ....	55
Tableau 2. 1 Composition chimique du ciment (%).....	58
Tableau 2. 2 Composition anhydre du ciment (%).....	59
Tableau 2. 3 Identification des propriétés des granulats de Djebel Abiod (ENG) [Boukli et Ghomari, 2007].....	59
Tableau 2. 4 Propriétés chimiques des fillers calcaires étudiés (%).....	60
Tableau 2. 5 Composition de l'eau de gâchage (mg/l) [Boukli et Ghomari, 2007].....	61
Tableau 2. 6 Tableau NA.3 de la norme NF EN 206-1.....	62
Tableau 2. 7 Composition des bétons étudiés .....	63
Tableau 2. 8 Propriétés physiques et mécaniques des bétons étudiés .....	68
Tableau 2. 9 Modèle de tableau récapitulatif type de suivi des échéances de carbonatation. ....	73
Tableau 2. 10 Profondeurs carbonatées relatives aux éprouvettes soumises aux tests.....	74

## Nomenclature des symboles utilisés

$\alpha_{CO_2}$	Fraction volumique en CO <sub>2</sub> .
R	Constantes des gaz parfaits (8,32 J.mol <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ),
T	Température absolue en degré Kelvin
P <sub>atm</sub>	Pression atmosphérique 10 <sup>5</sup> Pa.
s	Solubilité du gaz carbonique (mol.l <sup>-1</sup> )
L <sub>eq</sub>	Liant équivalent (Kg)
C	Quantité de ciment (Kg)
k	Coefficient de prise en compte de l'addition considérée
A	Quantité des additions telles que les cendres volantes, fumée de silice, filler, etc. (kg)
HR	Humidité relative (%)
X <sub>c</sub>	Profondeur de carbonatation
K	Coefficient dépendant d'un ensemble de facteurs liés aux caractéristiques du béton (le rapport E/C, la nature du ciment, etc..) et aux conditions environnementales (la concentration du dioxyde de carbone, l'humidité relative, etc..)(m.s <sup>-1/2</sup> )
t	Temps (s)
S	Taux ou degré de saturation (%)
p <sub>c</sub>	Pression capillaire
p <sub>g</sub>	Pression gazeuse
p <sub>l</sub>	Pression liquide
M <sub>H<sub>2</sub>O</sub>	Masse molaire de l'eau
ρ <sub>E</sub>	Masse volumique de l'eau (Kg/m <sup>3</sup> )
□ <sub>p</sub>	Porosité de la pâte de ciment (%)
P	Porosité totale (%)
D <sub>CO<sub>2</sub></sub>	Coefficient de diffusion du CO <sub>2</sub> gazeux dans un milieu poreux (m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )
D <sub>CO<sub>2</sub></sub> <sup>0</sup>	Coefficient de diffusion du CO <sub>2</sub> gazeux à 20° C (m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )
τ <sub>g</sub>	Tortuosité
E <sub>eff</sub>	eau efficace
XC3, XC4	Classe environnementale de la corrosion induite par carbonatation
M <sub>sec</sub>	Masse à l'état sec dans l'air
M <sub>sat</sub> (air)	Masse saturée dans l'air
M <sub>sat</sub> (eau)	Masse nette saturée dans l'eau (pesée hydrostatique)
Φ	Compacité du béton frais

$M_{va}$  Masse volumique apparente du béton frais après sa mise en place dans les moules (kg/m<sup>3</sup>)  
 $\rho_c$  Masse volumique absolue du ciment (en kg/m<sup>3</sup>)  
 $\rho_s$  Masse volumique absolue du sable (en kg/m<sup>3</sup>)  
 $\rho_g$  Masse volumique absolue du gravier (en kg/m<sup>3</sup>)  
 $\rho_a$  Masse volumique absolue de l'addition (en kg/m<sup>3</sup>)  
 $M_c, M_s, M_g, M_a$  et  $M_e$  Masses respectives du ciment, du sable, des granulats, de l'addition et de l'eau  
 $P_i$  Porosité initiale des bétons (%)  
 $D$  Diamètre des granulats  
 $P_{th}$  Porosité théorique  
 $\Delta P_1$  Ecart de porosité entre porosité théorique et porosité totale  
 $\Delta P_{C+F}$  Ecart de porosité entre porosité initiale  $P_i$  du béton avec additions et porosité totale  
 $f_{ck}$  Résistance caractéristique (MPa)  
 $f_c$  Résistance à la compression moyenne du béton (MPa)  
 $\sigma$  Ecart type (MPa)  
 $k(p)$  fonction de répartition

## INTRODUCTION GENERALE.

La combinaison de l'acier avec le béton pour la réalisation d'ouvrages en béton armé et précontraint, forme un couple bien assorti, au regard des performances qu'il offre tant du point de vue du comportement mécanique que de la durabilité.

Il faut dire que de tout temps, lors de la conception des ouvrages, c'est la stabilité envers le comportement mécanique qui a toujours été exigée. Cependant, depuis plus d'une trentaine d'années environ, un certain nombre de constructions laissent apparaître des dégradations plus ou moins prononcées et voient leur durée de vie limitée. De là, une discipline à part entière de la conception des ouvrages en béton a émergé : la durabilité des structures.

Actuellement, dans différents pays, des travaux importants de recherche sont consacrés au développement de nouvelles approches de la durabilité, afin d'accroître la durée de vie des ouvrages en béton armé au coût le plus bas. Ces nouvelles approches sont basées sur les formulations de bétons avec additions minérales, par la définition de critères performantiels relatifs à des indicateurs de durabilité à sélectionner et dont l'objectif est de concevoir des bétons résistants de part leur comportement et résistants aux agressions internes et externes.

En Algérie, avec l'avènement de l'autoroute, les ouvrages d'art qui lui sont rattachés ainsi que toutes les constructions en béton armé ont une importance capitale dans le réseau routier et autoroutier, compte tenu du coût d'investissement qu'ils représentent et du coût économique qu'entraînerait une interruption de trafic pour les travaux de réparation s'il arrive qu'ils soient affectés par des dégradations liées à la durabilité.

Il est important de souligner donc que la durabilité de telles structures soit conditionnée par le béton qui protège physiquement et chimiquement l'acier de la corrosion. Le béton d'enrobage, ou le mortier autour d'une armature, offre aux aciers une double protection contre la corrosion. En premier lieu, il agit comme une barrière physique qui limite la pénétration d'agents agressifs et l'accès de l'oxygène jusqu'à l'armature. Ensuite, grâce à la composition de la solution interstitielle et à son pH élevé, le béton offre une protection chimique contre la corrosion. Cependant, la porosité du béton est à l'origine de la diminution de sa capacité à isoler l'acier des substances agressives du milieu extérieur.

Le milieu le plus courant que nous pourrions citer est l'air ambiant qui agit d'une façon néfaste sur la durabilité des structures par la présence du gaz carbonique  $\text{CO}_2$  qu'il contient. C'est en fait, l'évolution de la phase aqueuse interstitielle dont le pH diminue à la suite de la transformation des composés hydratés du ciment, qui n'offre plus de protection à l'acier. Il s'agit principalement de la réaction de carbonatation due au  $\text{CO}_2$  contenu dans l'air qui est impliqué dans ce processus.

En effet, un béton moyen conservé en atmosphère ordinaire à environ 65% d'humidité relative, peut donner les valeurs moyennes suivantes :

- 5 mm de carbonatation après un an,
- 10 mm de carbonatation après quatre ans,
- 25 mm de carbonatation après 25 ans.

Suivant les ouvrages et après 25 ans, la profondeur carbonatée varierait entre 10 mm et 10 cm [Venuat et col., 1969].

Pour des conditions d'exposition données, la cinétique de carbonatation d'un béton est en relation avec sa porosité, et par conséquent avec ses caractéristiques mécaniques, puisque ces deux paramètres sont étroitement liés. Ainsi, pour des bétons présentant des résistances à la

compression supérieures ou égales à 50 MPa à 28 jours, comme notamment les BHP, la cinétique de carbonatation est très faible. Dans cette optique, la norme européenne EN 206-1 fixe des paramètres de formulations (dosages en liant équivalent et en additions minérales, rapport Eau efficace/Liant équivalent) et une classe de résistance minimale, pour qu'un béton se comporte de façon durable vis-à-vis de la corrosion des armatures initiée par la carbonatation du béton d'enrobage. Cette norme définit quatre classes d'exposition notée XC1 à XC4, dont l'agressivité est fonction de l'humidité et de l'existence de cycles d'humidification/séchage.

C'est le principe même de l'approche prescriptive de formulation des bétons, fondée sur une obligation de moyens. L'application d'une approche performantielle à la durabilité des bétons passe par une définition précise des conditions d'exposition et des mécanismes de dégradation.

L'évolution du contexte normatif propose une alternative, à l'approche prescriptive, qui consiste à comparer la durabilité potentielle d'une composition de béton à qualifier par rapport à une composition de référence, conforme en termes de valeurs limites pour une classe d'exposition donnée : c'est le concept de performance équivalente du béton.

*Selon ce principe, il doit être prouvé que le béton a une équivalence de performance avec celle d'un béton de référence, en particulier pour ce qui est de son comportement vis-à-vis des agressions de l'environnement et sa durabilité, conformément aux exigences pour la classe d'exposition concernée (NF EN 206-1).*

C'est sur cette méthodologie d'application du concept de performance équivalente que l'objectif de notre travail est basé. Dans le cadre de la démarche comparative proposée, le béton de référence choisi pour notre étude est un béton de composition optimisée, issu des travaux de recherche de Boukli Hacène (Boukli et col, 2009a et 2009b) et (Boukli, 2010).

Les bétons à qualifier vont dans le sens des éco-bétons ; ils consistent en l'étude des effets de l'incorporation d'ajouts minéraux tel que le filler calcaire (ajout inerte) sur les propriétés mécaniques des bétons élaborés selon différentes proportions, et voir leur comportement sous les phénomènes de carbonatation, accélérée et naturelle.

Le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique des connaissances relatives au phénomène de la carbonatation des bétons engendrant la corrosion des armatures, des dégâts qu'elle peut causer, les paramètres influençant ainsi que les conséquences sur les matériaux cimentaires.

Le chapitre 2 est dédié à la présentation du programme expérimental. Il concerne le choix et la formulation de quatre bétons avec ajouts d'additions calcaires à différentes proportions, les résultats et l'analyse du prétraitement pour atteindre les conditions optimales de carbonatation (65 % d'humidité relative), les techniques d'investigation pour l'estimation de l'épaisseur carbonatée par la pulvérisation de phénophtaléine, qui est un indicateur de pH, le suivi de masse, et la mesure de la porosité à l'eau.

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus et les enseignements tirés de cette étude.

Enfin, une conclusion générale reprend les principaux résultats dégagés lors de cette étude. Elle ouvre également de nouvelles perspectives en termes d'expérimentation pour une meilleure compréhension du phénomène de carbonatation des bétons.

## **CHAPITRE 1.**

### **Etat de l'art sur la carbonatation des ouvrages en béton armé**

## 1.1. INTRODUCTION

Estimé à un mètre cube par habitant et par an, le béton est le matériau de construction le plus consommé dans le monde. Sa complémentarité, à la fois mécanique et chimique, avec l'acier a permis de construire de façon économique et fiable les ouvrages nécessaires à toutes les activités humaines.

Cependant, comme tout être vivant, le béton "vieillit". Il évolue avec le temps et finit par se dégrader. Certains bâtiments ou équipements peuvent être démolis et remplacés s'ils ne répondent plus aux besoins des hommes. Ce n'est pas le cas pour tous les ouvrages, auxquels l'on exige qu'ils soient non seulement stables, mais assurer un confort d'utilisation constant. Ils doivent être durables...

## 1.2. NOTION DE DURABILITE DES BETONS

La durabilité d'un ouvrage se caractérise par sa capacité à conserver, dans les conditions prévues, les fonctions d'usage pour lesquelles il a été conçu et à maintenir son niveau de fiabilité et son aspect, dans son environnement, avec des frais de maintenance et d'entretien aussi réduits que possible. La durabilité d'un ouvrage est étroitement liée à la durabilité du matériau avec lequel il est réalisé. En ce qui concerne les bétons, celle-ci s'explique par la résistance à la pénétration d'agents extérieurs.

Une mauvaise durabilité se manifeste par une détérioration qui peut résulter de facteurs externes ou de phénomènes internes au béton. Les écoulements de fluide, transportant des agents agressifs sont donc préjudiciables à une bonne durabilité. Ainsi, l'attaque chimique par les sulfates, la corrosion des armatures dues à l'attaque par les chlorures ou la pénétration du gaz carbonique et la résistance au gel et au feu sont directement liées à la perméabilité du béton employé.

Les différentes actions peuvent être physiques, chimiques ou mécaniques :

- Les dommages d'origine mécanique sont causés par les chocs, l'abrasion ou la cavitation.
- Les causes de dégradation chimique comprennent les réactions alcali-silice et alcali-carbonate. Les attaques chimiques externes sont principalement causées par la présence d'ions agressifs tels que le gaz carbonique, les sulfates et les chlorures (provenant de l'eau de mer, des embruns marins ou des sels de déverglaçage).
- Les causes physiques de détérioration comprennent les effets d'une température élevée ou des différences de dilatation thermique des granulats et de la pâte de ciment durcie, les cycles répétés de gel-dégel.

Le béton et le béton armé, dont la durabilité est de l'ordre d'un siècle, n'échappent pas à cette règle. En effet, le béton joue deux rôles dans une structure en béton armé : d'une part, il doit résister mécaniquement, sans souffrir de déformations excessives, et d'autre part il doit assurer une protection chimique des armatures par le biais de sa solution interstitielle.

Cependant, des agents agressifs peuvent franchir cette barrière qu'est la solution interstitielle, qui ne jouera plus son rôle de protection des armatures, et dont la corrosion va dégrader esthétiquement et mécaniquement l'ouvrage, qui n'assurera plus sa fonction porteuse et par conséquent affecter sa durabilité.

Plusieurs campagnes ont vu le jour dans le monde et ce dans le seul but de surveiller et recenser les ouvrages endommagés :

En **France** par exemple, les dégradations ont atteints 28% des ouvrages d'art en béton armé dues essentiellement à la corrosion des armatures et la plupart des désordres touchant les bâtiments est également liée à la corrosion des armatures [DAK., 2009].

**Aux Etats Unis**, 15 % des ponts autoroutiers sont considérés comme structurellement déficients devant un parc qui en compte près de 586 000. Le renouvellement de ces ponts va coûter plus de 10 milliards de dollars par an au cours des dix prochaines années et ceci uniquement pour couvrir les déficiences les plus graves. [Dak., 2009]

Au **Canada**, environ 40 % des ponts autoroutiers ont plus de 40 ans de service. Un grand nombre d'entre eux exige un renouvellement ou un remplacement en raison des dommages causés par la corrosion. Ces travaux sont estimés à 10 milliards de dollars canadiens.

Au **Québec**, un grand nombre sur les 4000 ponts en béton se trouve dans un état de détérioration avancé. [Dak., 2009]

Au **Royaume-Uni**, 10 % des ponts routiers sont endommagés par la corrosion et là aussi les coûts de réparation s'élèvent à plus de 600 millions de livres sterling. [Dak., 2009]

En **Algérie**, nous ne pourrions pas avancer de chiffres ; mais nous savons que des actions sont menées pour la réparation d'ouvrages dont la durabilité a été affectée, comme le pont de Biskra par exemple.

De par ce constat, on peut dire que la corrosion reste la cause de détérioration la plus coûteuse en terme de maintenance. Elle est à l'origine de nombreux défauts apparents qui, s'ils n'engendrent pas de pertes de capacité portante immédiate de la structure, se révèlent nuisibles à l'exploitation de l'ouvrage.

D'où l'importance de la durabilité d'un matériau tel que le béton de conserver ses caractéristiques et son intégrité pendant la durée de service prévue pour la structure.

### **1.3. GENERALITES SUR LE PHENOMENE DE CARBONATATION**

#### **1.3.1. Description du phénomène :**

La carbonatation résulte de l'action de la diffusion du  $\text{CO}_2$  contenu dans l'air dans les pores du béton et les réactions consécutives de dissolution/précipitation avec les hydrates, notamment de la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  joue un rôle de tampon sur le pH. Lorsque la portlandite a été entièrement consommée, ou qu'elle n'est plus accessible, le pH chute à une valeur inférieure à 9, amorçant ainsi la dépassement des aciers.

#### **1.3.2. Schéma phénoménologique :**

L'hydratation d'un matériau cimentaire conduit à la formation d'une solution interstitielle basique. Lorsque la pâte de ciment sèche après durcissement, il y a de l'air qui va pénétrer par le réseau poreux qui s'y forme. Si le matériau est saturé, le dioxyde de carbone, contenu dans l'air, diffuse sous forme dissoute. Maintenant si le matériau est partiellement saturé, le passage en solution du  $\text{CO}_2$  gazeux dans la solution interstitielle entraîne une chute importante du pH et une modification de l'assemblage minéralogique de la matrice cimentaire. La réaction de neutralisation des hydrates (bases) par le  $\text{CO}_2$  (acide) constitue la réaction de carbonatation.



Afin de comprendre cette description phénoménologique, il est opportun de rappeler certaines informations correspondant au mécanisme de diffusion-réaction du CO<sub>2</sub> dans les bétons.

Nous allons, dans un premier temps revenir sur les propriétés du CO<sub>2</sub>, puis, on décrit les réactions entre les hydrates du béton et le CO<sub>2</sub>. On abordera ensuite la corrosion des aciers liée à la carbonatation.

### 1.3.2.1. Propriétés du dioxyde de carbone

#### i., Le dioxyde de carbone dans l'atmosphère

Actuellement, le débat tourne avec inquiétude autour des gaz à effet de serre. C'est l'émission en grande quantité du CO<sub>2</sub> dans l'air. Normalement le CO<sub>2</sub> se manifeste par de faibles concentrations, de l'ordre de 0,03% en volume tel que c'est le cas en milieu rural. Dans un local mal ventilé, ce pourcentage peut atteindre 0,1 % ; dans les grandes agglomérations, ce pourcentage varie entre 0,3 % et 1%. La paroi d'un tunnel routier est un « bel » exemple d'un béton soumis à une concentration élevée de CO<sub>2</sub>.

En assimilant le CO<sub>2</sub> à un gaz parfait, sa concentration en mol/L est donnée par la formule :

$$[CO_2] = \alpha_{CO_2} \frac{P_{atm}}{RT} \quad (1.1)$$

$\alpha_{CO_2}$  est la fraction volumique en CO<sub>2</sub>, R la constante des gaz parfaits (8,32 J.mol<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>), T(K) la température absolue et P<sub>atm</sub> (Pa) la pression atmosphérique.

La concentration du CO<sub>2</sub> est fonction de sa fraction volumique à 20° C et sous une pression atmosphérique de 10<sup>5</sup> Pa (figure 1.1).

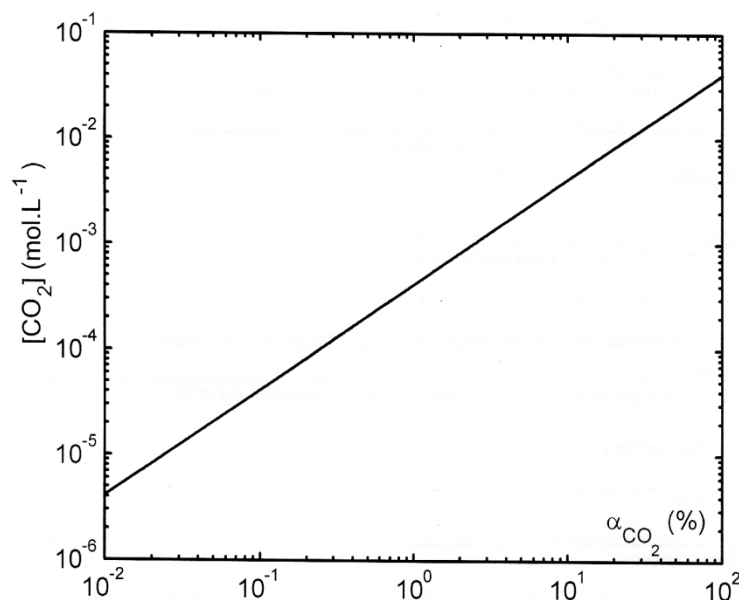


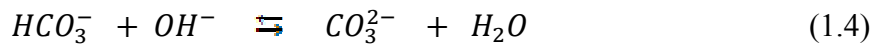
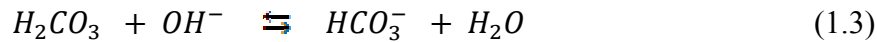
Figure 1. 1 Concentration en CO<sub>2</sub> dans la phase gazeuse en fonction de la fraction volumique α<sub>CO<sub>2</sub></sub> (à 20° C et sous une pression atmosphérique de 10<sup>5</sup> Pa) [Thiery, 2005]

## ii., Le dioxyde de carbone en solution aqueuse

La dissolution du gaz carbonique  $CO_2$ , à une pression partielle, entraîne l'acidification des solutions alcalines. C'est l'acide carbonique qui s'y forme, selon la réaction (1.2) et dont la concentration dans la solution est exprimée en fonction de la pression partielle en  $CO_2$  selon la loi de Henry. (Harned et Davis, 1943)



Dans l'eau, l'acide carbonique  $H_2CO_3$  se comporte comme un diacide faible :



Chacune de ces deux réactions de dissociation (1.3) et (1.4) engendre une acidité de l'acide carbonique  $H_2CO_3$  : l'ion bicarbonate  $HCO_3^-$  et l'ion carbonate  $CO_3^{2-}$ .

A l'équilibre, ces deux acidités ont des domaines de concentration disjoints comme l'illustre la figure 2 : à  $20^\circ C$ , pour un pH supérieur à 10,3 c'est l'ion  $CO_3^{2-}$  qui prédomine et pour un pH compris entre 6,3 et 10,3, c'est l'ion  $HCO_3^-$ . Au cours de la carbonatation, le pH de la solution interstitielle du béton chute d'une valeur très basique, proche de 13 à une valeur inférieure à 9.

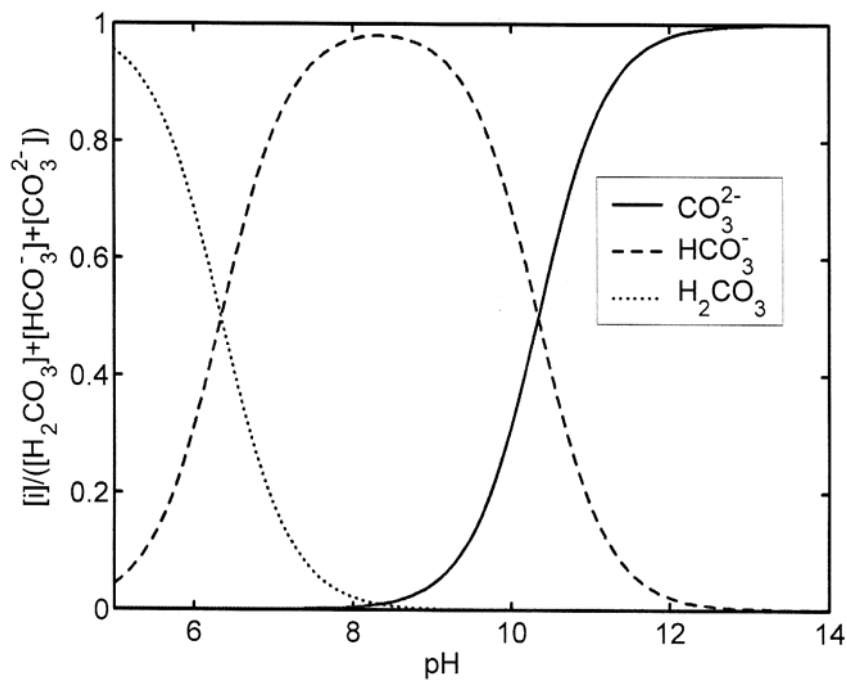


Figure 1. 2 Concentration du système des carbonates ( $H_2CO_3$ ,  $HCO_3^-$  et  $CO_3^{2-}$ ) en fonction du pH (à  $20^\circ C$  et à l'équilibre) (Thiery, 2005)

## iii., Effet de la température sur la dissolution du dioxyde de carbone

La solubilité du gaz carbonique dans l'eau sous la pression atmosphérique ( $P_{atm}=10^5$ ) décroît rapidement avec la température et peut s'exprimer selon Chaussadent [Chaussadent, 1999] suivant la relation empirique (avec T en degré Kelvin)

$$s \text{ (mol.l}^{-1}\text{)} = 5,283.10^{-6} e^{(2608,2/T)} \quad (1.5)$$

La solubilité du gaz carbonique étant l'étape initiale du processus global de carbonatation du béton, la vitesse de carbonatation sera donc plus importante en hiver qu'en été [Chaussadent, 1999].

#### iv., Données physico-chimiques générales sur le dioxyde de carbone

Dans le tableau 1.1, sont consignées quelques valeurs caractéristiques du dioxyde de carbone à l'état gazeux et à l'état absorbé dans une solution aqueuse. [Chaussadent, 1999]

On notera que les coefficients de diffusion en phase aqueuse du dioxyde de carbone ont un ordre de grandeur  $10^4$  fois plus faible qu'en phase gazeuse.

Diamètre des molécules de $CO_2$ à l'état gazeux (nm)	0,426
Libre parcours moyen des molécules de $CO_2$ gazeux à 0° C (nm)	63
Viscosité dynamique du $CO_2$ gazeux à 20° C (Pa.s)	1,48
Coefficient de diffusion du $CO_2$ gazeux à 20° C ( $m^2.s^{-1}$ )	$1,6.10^{-5}$
Coeff. de diffusion de $H_2CO_3$ à 20° C ( $m^2.s^{-1}$ )	$7,2.10^{-10}$
Coeff. de diffusion de $HCO_3^-$ à 20° C ( $m^2.s^{-1}$ )	$11,8.10^{-10}$
Coeff. de diffusion de $CO_3^{2-}$ à 20° C ( $m^2.s^{-1}$ )	$9,6.10^{-10}$

Tableau 1. 1 Caractéristiques du dioxyde de carbone en phase gazeuse et en phase liquide [Chaussadent, 1999]

## 1.4. GENERALITES SUR LE CIMENT HYDRATE

Les ciments, appelés aussi liants hydrauliques, sont des poudres minérales (ciments anhydres) qui forment en présence d'eau, une pâte faisant prise (hydratation). Le ciment anhydre est composé d'un ou plusieurs constituants.

### 1.4.1. Les constituants des ciments

- Le clinker obtenu par cuisson (1450° C) du cru (mélange 80% de calcaire et 20% d'argile). Les principaux constituants du clinker (anhydres) sont les silicates tricalciques ( $C_3S$ )\* et bicalciques ( $C_2S$ )\*, les aluminates tricalciques ( $C_3A$ )\* et les aluminoferrites tétracalciques ( $C_4AF$ )\*.
- Le gypse, régularise la prise des ciments par la production de sulfates qui inhibent les réactions d'hydratation.
- Les laitiers obtenus par refroidissement brusque de la scorie fondue provenant du traitement des minerais de fer en haut fourneau, présentent des propriétés hydrauliques.
- Les cendres volantes ayant des propriétés pouzzolaniques et/ou hydrauliques selon leur nature silico-alumineuses ou silico-calcaires.
- Les fillers, matières minérales, améliorent les propriétés physiques des ciments (ouvrabilité, rétention d'eau). Les fillers calcaires sont généralement inertes.

\* Notations cimentaires : C=CaO, S=SiO<sub>2</sub>, A=Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, F=Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## 1.4.2. L'hydratation du ciment et son mécanisme

Lorsque le ciment entre en contact avec l'eau, une réaction exothermique instantanée se produit avec une forte libération de chaleur, cette période dite de pré-induction est de courte durée (10 – 20 minutes). Elle est suivie d'une période relative inactivée appelée période dormante au cours de laquelle le dégagement de chaleur est faible, mais jamais nul. La durée de cette période peut varier entre 2 et 8 heures.

La période dormante appelée aussi période d'induction est très importante quant à l'ouvrabilité des bétons et mortiers, car à sa fin s'amorce la prise du ciment avec un fort dégagement de chaleur correspondant à la période d'accélération associée au début de prise et de durcissement du ciment.

Pour comprendre les changements chimiques et physiques qui se produisent au cours de l'hydratation du ciment portland, il est essentiel d'étudier séparément les réactions des silicates et des aluminates.

### 1.4.2.1. La portlandite ou hydroxyde de calcium

Les réactions d'hydratations de l'alite ( $C_3S$ ) et de la bélite ( $C_2S$ ) entraînent la formation de la portlandite  $Ca(OH)_2$  qui sont des cristaux se présentant sous la forme de plaquettes hexagonales (figure 1.3), empilées dans les pores les plus larges laissés dans les grains de ciment en cours d'hydratation. Ces cristaux forment ainsi des agglomérats dont la taille d'une dizaine de microns, augmente avec le rapport E/C. [Chaussadent et col, 2001]

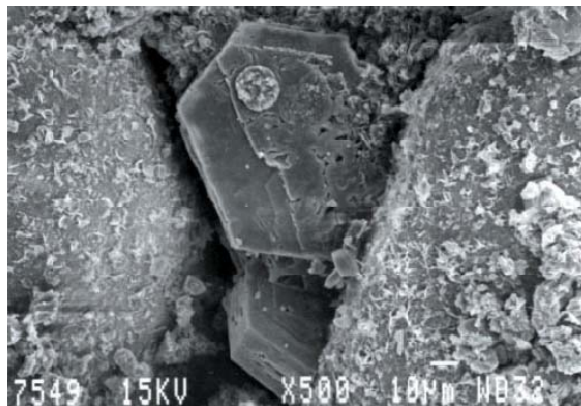


Figure 1. 3 Cristaux de portlandite observé au Microscope Electronique à Balayage

L'équilibre chimique de la portlandite dans un milieu cimentaire sans présence d'alcalins s'établit à un pH très basique, de l'ordre de 13. Ainsi, la portlandite est très sensible à un abaissement du pH de la solution interstitielle et, du fait de sa grande solubilité, se dissout pour compenser le départ des ions calcium lors de la lixiviation par l'eau pure. Des essais expérimentaux (Carde, 1996) et des calculs par modélisations (Kmal, 2003) sur une pâte de ciment CEM I à rapport E/C de 0,5 ont montré que la seule dissolution de la portlandite (qui représente en volume environ 20% des phases solides) conduit à diviser par deux le module de Young de la pâte de ciment lixiviée.

### 1.4.2.2. Les silicates de calcium hydratés (C-S-H)

Les C-S-H sont à l'origine des principales propriétés de la pâte de ciment durcie, notamment de sa résistance mécanique. Les C-S-H se forment à la surface des grains de ciment anhydres à partir des ions :  $Ca^{2+}$ ,  $H_2SiO_4^{2-}$  et  $OH^-$  fournis par la dissolution de l'alite et de la bélite et remplissent peu à peu l'espace intergranulaire. Ces hydrates sont considérés comme la véritable « colle » de la pâte de ciment durcie. De plus, les C-S-H étant mécaniquement très résistants, une de leurs propriétés essentielles est de permettre la formation d'une matrice résistante.

Selon des calculs de stœchiométrie, l'hydratation de  $C_3S$  produirait 61% de gel de CSH et 39% de CH alors que l'hydratation de  $C_2S$  produirait 82% de gel de CSH (figure 1.4) et seulement 18% de CH. Ce qui voudrait dire qu'à court terme, les silicates hydratés formés proviennent donc majoritairement du  $C_3S$ , qui ont un rôle prépondérant dans les montées en résistance à court terme des bétons. L'hydratation plus lente du  $C_2S$ , après 28 jours, conduit à l'amélioration des résistances à long terme. Des essais sur de l'alite et de la bélite ont mis en évidence que les résistances à long terme sont comparables et que seule la cinétique d'hydratation est différente [Guillon, 2004].

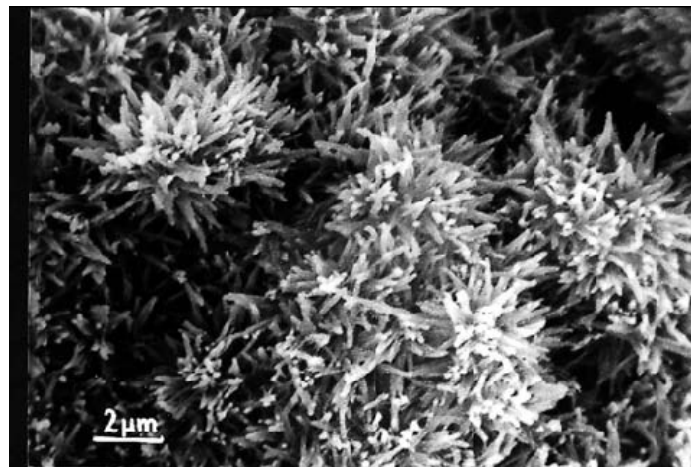


Figure 1. 4 Vue au microscope électronique à balayage de C-S-H dans une pâte de ciment hydratée [Guillon, 2004]

### 1.4.2.3. Les aluminates et sulfo-aluminates de calcium

L'hydratation de l'aluminate tricalcique ( $C_3A$  qui représente une fraction volumique maximale de 20% du ciment) est très rapide, exothermique, et par conséquent intervient dans les premiers instants de l'hydratation d'un ciment. Les hydrates formés précipitent immédiatement autour des grains de ciment et perturbent par conséquent l'hydratation des silicates en limitant la surface de dissolution. Ce phénomène provoque, de plus, une rigidification précoce du matériau, perturbant sa mise en œuvre, limite la quantité de C-S-H et de portlandite formés et pénalise donc les résistances mécaniques à long terme.

Pour remédier à ce phénomène de fausse prise, les cimentiers incorporent une faible quantité de sulfates par l'intermédiaire du gypse. Si cette quantité est bien dosée, ce gypse réagit avec les aluminates pour former des hydrates de sulfoaluminates de calcium : le tri-sulfoaluminates de calcium, aussi connu sous le nom d'ettringite  $C_3A.C_3\bar{S}.H_{32}$  avec  $\bar{S}=SO_3$ , le monosulfoaluminate de calcium hydraté  $C_3A.C\bar{S}.H_{12}$  et l'aluminate de calcium  $C_4AH_{13}$ . [Guillon, 2004]

La précipitation d'ettringite, plus tardive dans le processus d'hydratation, se fait donc au détriment des hydrates  $C_2AH_8$ ,  $C_4AH_{13}$  et  $C_3AH_6$ , et permet donc aux silicates de s'hydrater librement.

Après quelques jours, cette ettringite recouvre dans un premier temps les grains de ciment anhydres, puis se dissout pour finalement recristalliser sous forme d'aiguilles hexagonales et former du monosulfoaluminate de calcium (figure 1.5). [Hyvert, 2009]

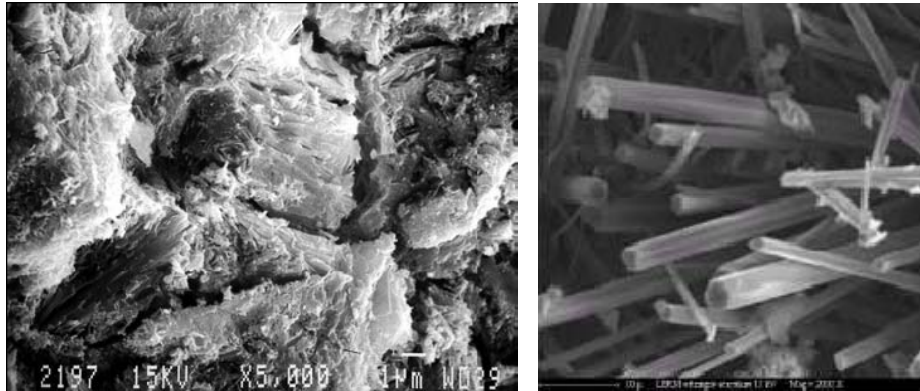


Figure 1.5 Observations au microscope électronique à balayage d'ettringite massive dans des pâtes de ciment et en aiguille dans un béton [Guillon, 2004]

#### 1.4.2.4. Les aluminoferrites

L'aluminoferrite tétracalcique  $C_4AF$  donne, par réaction avec l'eau, les mêmes types d'hydrate que le  $C_3A$  ; Leurs formules chimiques s'obtiennent par substitution totale ou partielle de l'aluminium par le fer.

Seulement, dans ce cas, la réaction est beaucoup plus lente. Dans la première étape de la réaction, le  $C_4AF$  produit une forme élevée de sulfoaluminate de calcium qui réagit avec l'excès de  $C_4AF$  pour donner une basse forme de sulfoaluminate. Ces derniers occupent environ 15-20% du volume de solides dans la pâte. La réaction du  $C_4AF$  dégage peu de chaleur et participe peu au développement de la résistance.

L'hydratation des aluminates est de grande importance pratique parce qu'ils affectent les propriétés de prise du ciment.

#### 1.4.2.5. Description du réseau poreux

La porosité initiale est définie à partir de la quantité d'eau qui est utilisée pour hydrater le ciment, autrement dit du rapport E/C. Pour des raisons de mise en œuvre et dans un béton courant, la quantité d'eau introduite est supérieure à la quantité d'eau stœchiométrique nécessaire à l'hydratation totale du ciment. De ce fait, même à hydratation complète, il reste nécessairement une phase aqueuse au sein de la microstructure de la pâte de ciment. De ce fait, une pâte de ciment est obligatoirement poreuse.

Cette phase aqueuse peut s'évaporer et être remplacée partiellement par une phase gazeuse. Suivant les matériaux cimentaires, la quantité et la distribution de la porosité peuvent varier. Un diagramme de distribution de la porosité des pâtes de mêmes ciments mais avec différents rapports E/C (figure 1.6) a été proposé par [Verbeck et col, 1968]. Ce diagramme montre la présence de deux pics de distribution de la porosité, mettant en valeur deux classes de porosité dans une pâte de ciment hydratée.

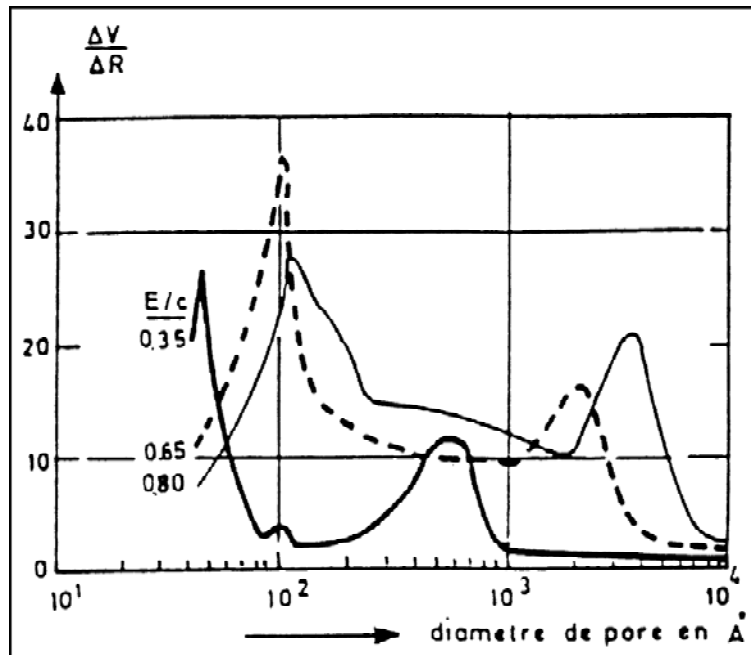


Figure 1. 6 Courbes de distribution de la porosité pour des pâtes de ciment à rapport E/C de 0.35, 0.65 et 0.80 [Verbeck et Helmuth, 1968]

Une première porosité, dite capillaire et qui a une taille de pores comprise entre 0,1 et 10 $\mu$ m. Cette porosité découle de celle, initialement introduite lors de la définition du rapport E/C. C'est au sein de cette porosité que la plupart des phénomènes de dissolution ou précipitation de phases solides se produisent, ou que l'échange d'espèces par diffusion avec l'environnement extérieur se fait. Cette porosité peut être partiellement ou totalement connectée.

Une autre porosité mise en évidence par les essais de porosimétrie, la porosité nanométrique. Cette porosité est due à la porosité intrinsèque de certains hydrates et en particulier les C-S-H qui ont une structure lamellaire, mise en évidence par des observations au Microscope Electronique à Transmission (figure 1.7) et illustrée dans le modèle de Feldman et Sereda, 1968 (figure 1.8). La porosité nanométrique comprend aussi bien l'espace interfeuille des C-S-H que les vides créés par l'empilement parfois irrégulier des lamelles de C-S-H. L'ordre de grandeur de ces pores est de 0,1 à 10nm. A cette échelle, les effets surfaciques tels la pression capillaire ou l'absorption dans les pores sont prépondérants devant les phénomènes de transport tels que le transport diffusif.

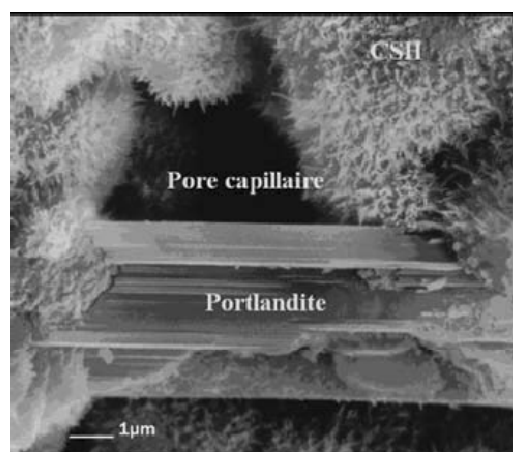


Figure 1. 7 Morphologie du C-S-H. Image MEB de C-S-H poussant à la surface de grains d'alite

[Regourd M., Hornain H. 1975].

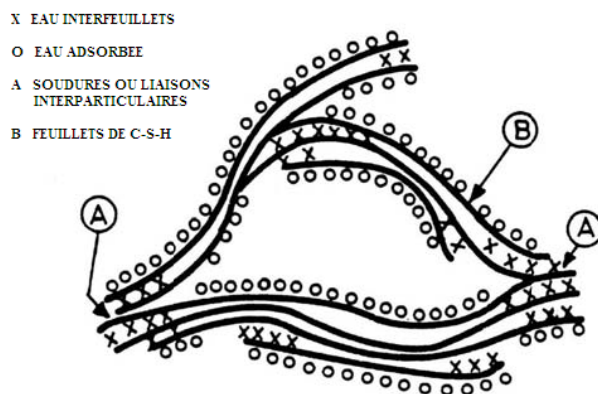


Figure 1. 8 Schématisation de la structure des C – S – H, d'après R. Feldman et P. Sereda

### 1.4.3. Les transferts hydriques dans un matériau cimentaire

#### 1.4.3.1. Phénomènes de sorption de vapeur d'eau

Afin de caractériser les transferts hydriques dans les matériaux poreux tels que les matériaux cimentaires, il est nécessaire de rappeler les formes sous laquelle l'eau est présente. L'eau évaporable et l'eau non-évaporable sont distinguées [Baroghel-Bouny 1994; Delmi 2004] (Figure 1.9).

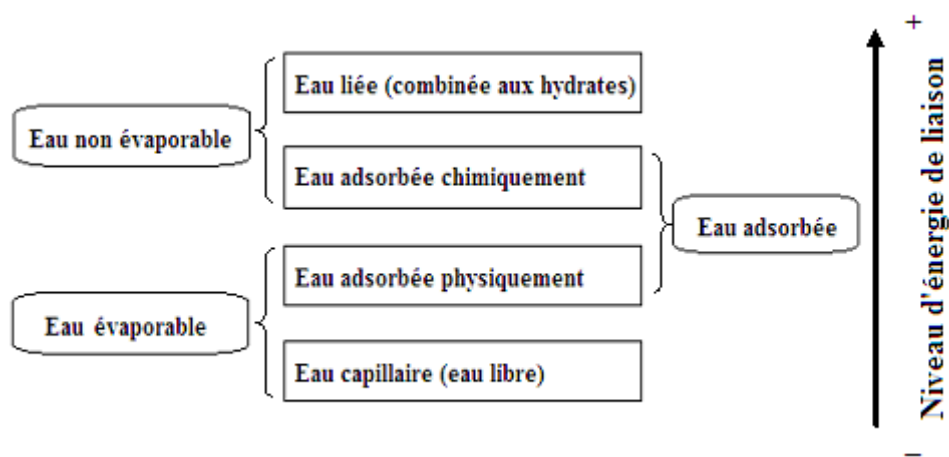


Figure 1. 9 Différentes formes d'eau dans un matériau cimentaire [Delmi 2004]

#### i., Modes de transports dans un milieu poreux

Les matériaux poreux peuvent être définis par leur capacité à adsorber, retenir et désorber l'eau (capacité hygroscopique). Selon l'état hydrique du matériau poreux, les mécanismes d'adsorption peuvent se produire soit par adsorption surfacique (chimie-sorption ou physisorption) soit par condensation capillaire. L'adsorption se poursuit jusqu'à ce que la couche de molécules d'eau soit en équilibre thermodynamique avec la phase gazeuse. La



quantité adsorbée sur les parois des pores dépend de la température et de la pression partielle de la vapeur d'eau contenue dans les pores. Selon l'état hydrique du matériau poreux, le transfert d'humidité peut être engendré par les actions indépendantes ou simultanées des processus de perméation (écoulement liquide et/ou gazeux) et de diffusion (liquide ou vapeur). En état de saturation, l'écoulement est conditionné par l'existence d'un gradient de pression hydrostatique. En conditions insaturées, la phase gazeuse et la phase liquide cohabitent, et les deux modes de transport (écoulement et diffusion) peuvent se superposer. Ces deux modes de transport sont décrits par les lois de Darcy et de Fick.

Lorsque le degré de saturation atteint 100%, le réseau poreux connecté forme une phase capillaire continue. En admettant que la phase liquide soit incompressible, le transport ne sera que de type Darcéen. Par ailleurs, les matériaux cimentaires ayant une faible porosité, les vitesses des fluides dans le réseau poreux sont faibles et l'écoulement peut être supposé laminaire. La loi de Darcy traduisant la proportionnalité entre la vitesse d'écoulement laminaire de l'eau à travers un milieu poreux granulaire continu et isotrope et le gradient hydraulique appliqué à ce milieu (pression capillaire), peut donc être appliquée.

## ii., Les isothermes de sorption

Le séchage des matériaux à matrice cimentaire met en jeu d'importants gradients de teneur en eau qui peuvent être mis en évidence par des expériences de sorption isotherme. Dans ces expériences, l'humidité relative HR est contrôlée, tandis que le degré de saturation  $S_i$  ou la teneur en eau  $w$  sont mesurées. Les isothermes de sorption représentent à une température donnée et à l'équilibre, la quantité d'eau évaporable en fonction de l'humidité relative externe. Sorption est le terme général : l'état d'adsorption décrit la pénétration et l'enrichissement en adsorbat (la vapeur d'eau dans notre cas) sur un adsorbant (le matériau cimentaire), et celui de désorption correspond à sa réduction [Atkins & de Paula, 2006; Ishida et col, 2007]. La comparaison des résultats obtenus en désorption et en adsorption met en évidence l'existence d'une importante hystérésis entre les deux courbes [Baroghel Bouny & Perrin, 1997]. Le schéma général d'une isotherme de sorption est représenté sur la figure 1.10 [Gregg et Sing, 1982]. Les isothermes rendent compte des modes d'adsorption des matériaux poreux.

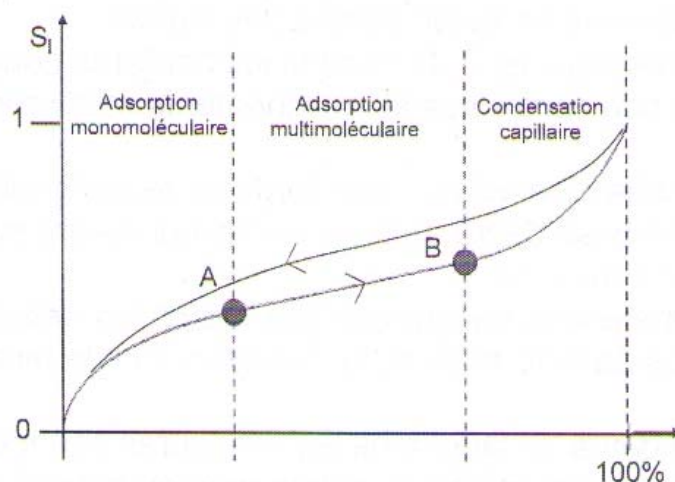


Figure 1. 10 Schéma général d'une isotherme de sorption d'un béton ordinaire à température ambiante [Gregg & Sing, 1982].

Aux faibles HR, (entre l'origine et le point A), les molécules d'eau se fixent sur chacun des sites disponibles au sein des pores pour former une couche mono moléculaire. Cette monocouche est exclusivement surfacique (corrélée à la surface spécifique du matériau). Au point A, tous les sites sont occupés, la monocouche est complète. La monocouche agit comme substrat d'adsorption de nouvelles couches. Entre les points A et B, plusieurs couches sont susceptibles de se former, l'adsorption est multimoléculaire. Au-delà de B, tout le réseau est rempli d'eau liquide. L'incurvation à forte HR de l'isotherme est caractéristique des phénomènes de condensation capillaire [Carman 1951].

## 1.5. CARBONATATION

### 1.5.1. Carbonatation des hydrates de la pâte de ciment ou du béton

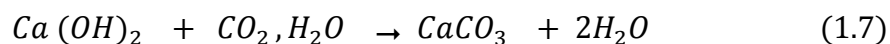
La carbonatation est un phénomène de vieillissement naturel du béton, qui résulte de la diffusion du CO<sub>2</sub>, contenu dans l'air à un taux de 0,03 à 0,05% en volume selon la température et le milieu environnant, dans les pores du béton. Toutefois, ce taux peut être plus important en milieu urbain qu'en milieu rural et varierait entre 0,3 à 1%.

Les réactions consécutives de dissolution/précipitation avec les hydrates, notamment de la portlandite Ca(OH)<sub>2</sub> qui joue un rôle de tampon sur le pH, entraînent la consommation de bases alcalines présentes dans la solution interstitielle des bétons, aboutissant à une consommation du pH qui passe d'une valeur de 13 à une valeur inférieure à 9.

### 1.5.2. Carbonatation de la portlandite (CH)

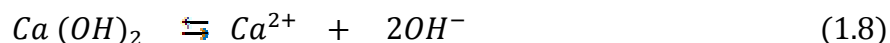
Les mécanismes mis en jeu sont ceux de la carbonatation de la portlandite (CH) et des silicates de calcium hydratés (C-S-H).

Le résultat de la dégradation chimique de la portlandite par le dioxyde de carbone conduit à la précipitation d'un sel, le carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>). La réaction peut se résumer par l'équation bilan (1.7). (Papadakis, 1991 ; Thiery, 2004 et 2006)



L'inconvénient de cette équation est qu'elle masque toutes les étapes intermédiaires du mécanisme. En revanche, elle a l'avantage d'indiquer que la carbonatation de la portlandite s'accompagne globalement d'une libération d'eau de structure (Thiery, 2006).

La portlandite se dissout suivant la réaction (1.8) pour rétablir la basicité du milieu :



Les ions calcium qui sont libérés précipitent avec les ions carbonates, issues de l'équation (1.4) suivant la réaction (1.9) pour former du carbonate de calcium CaCO<sub>3</sub>



Il s'agit d'un bilan, mais plusieurs équilibres chimiques et leurs constantes sont mis en jeu dans le processus de carbonatation. En effet la réaction a lieu en phase liquide, en solution aqueuse, mais fait aussi intervenir un gaz et un composé solide. La réaction de carbonatation nécessite ainsi le passage du CO<sub>2</sub> en phase aqueuse (1.2), des réactions acido-basiques

impliquant les ions carbonates (1.3) (1.4), la dissolution de la portlandite (1.8) et la précipitation du carbonate de calcium (1.9).

Le carbonate de calcium existe sous trois formes polymorphiques : la vaterite, l'aragonite et la calcite. Cependant, la forme la plus stable en conditions standards de température et de pression, est la calcite [Plummer et col, 1978; Plummer & Busenberg, 1982]. Les deux autres ne sont présentes qu'en faible quantité et à court terme dans les matériaux cimentaires carbonatés.

Les ions calcium réagissent aussi avec les ions  $HCO_3^-$  pour former du bicarbonate de calcium  $Ca(HCO_3)_2$ ; mais ce dernier ne peut pas précipiter car il n'existe pas à l'état solide. Ils ne sont considérés que les ions  $Ca^{2+}$  qui précipitent sous forme de calcite  $CaCO_3$  (figure 1.11).

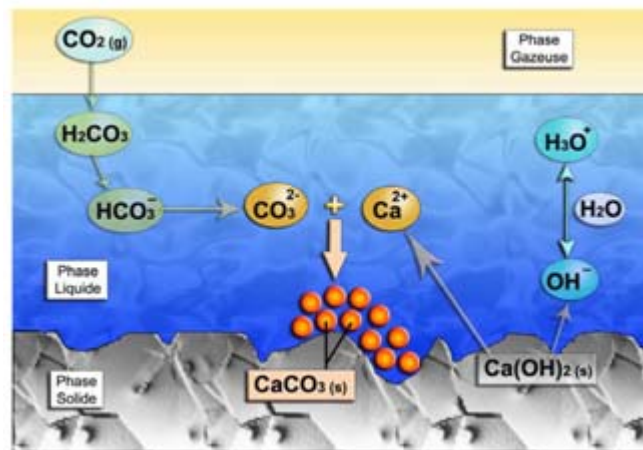
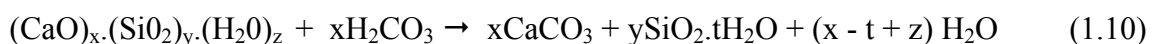


Figure 1. 11 Mécanisme de carbonatation de la portlandite [Thiery, 2005]

### 1.5.3. Carbonatation des silicates de calcium hydratés

Les silicates de calcium hydratés (C-S-H) constituent la phase hydratée majoritaire (environ 60% en volume). Ce sont les C-S-H qui confèrent au béton l'essentiel de sa résistance mécanique, mais ont un pouvoir tampon limité sur le pH de la solution interstitielle. Cependant, les C-S-H constituent un important réservoir de calcium et de silicate et induisent d'importantes modifications de la microstructure et de la minéralogie lors de leur carbonatation.

La carbonatation des C-S-H donne naissance à des carbonates de calcium, à un matériau siliceux hydraté (gel de silice) et à de l'eau libre. L'équation de carbonatation des C-S-H peut s'écrire donc :



Les auteurs comme (Suzuki et col, 1985; Dunster, 1989) et (Groves et col, 1990), voient leurs observations converger : la carbonatation des C-S-H conduit à la formation d'un gel de silice : une décalcification des C-S-H succède à la dissolution du  $CO_2$ . Des ions calcium sont arrachés par le  $CO_2$  aux C-S-H en libérant des anions silicates. Les ions calcium libérés  $Ca^{2+}$  précipitent avec les ions carbonates en carbonate de calcium. Quand aux anions silicates produits, ceux-ci peuvent se condenser sur les anions silicates des C-S-H pour former des C-S-H décalcifiés (linéaires) de plus haut poids moléculaire. Les espèces produites, notées C-S-H\*, peuvent alors continuer de se polymériser et se condenser à leur tour sur d'autres anions pour enfin former de longues chaînes silicates ramifiées. Le matériau amorphe ainsi

produit n'est plus représentatif de la structure initiale des C-S-H et s'apparente à de la silice amorphe similaire aux gels de silice courants. Dunster [Dunster, 1989] conclut que la carbonatation des C-S-H correspond à un processus de polymérisation des silicates formant des espèces qui ne sont plus représentatives des C-S-H initiaux.

#### 1.5.4. Carbonatation des aluminates

Ils sont présents sous la forme de trois composés ( $C_3AH_6$ ,  $C_2AH_8$ ,  $C_4AH_{13}$ ) et sont sensibles à la carbonatation. Des études (notamment Sauman et Lach, 1972) montrent qu'ils donnent naissance à des carbonates de calcium, un gel d'alumine ( $Al(OH)_3$ ) et de l'eau.

D'une manière générale, la carbonatation de l'ettringite et du monosulfoaluminate de calcium produit du gypse qui est très soluble dans l'eau et très réactif. Elle peut donc conduire à des réactions secondaires. Ainsi, si les produits de carbonatation se trouvent en présence de portlandite et d'eau, il peut reformer de l'ettringite à partir des aluminates et du gypse libéré par la carbonatation. Ces hydrates sont présents en petite quantité dans les matériaux cimentaires usuels à teneurs en sulfate et/ou en aluminates modérées. Ils se carbonatent également très vite.

La figure 1.12 représente un profil issu d'une simulation, obtenu avec des conditions (hydriques) particulières. Sa représentation dans ce mémoire voit son intérêt que du fait qu'elle résume bien les modifications minéralogiques issues des réactions détaillées précédemment.

Ce profil est exprimé en fonction de la quantité de  $CO_2$ , adsorbé et engendré par la carbonatation atmosphérique (à saturation) entre la surface  $X_1$  et le cœur  $X_2$  d'une pâte de ciment modèle. Il décrit les phases pouvant être carbonatées et susceptibles d'être formées [Drouet, 2010].

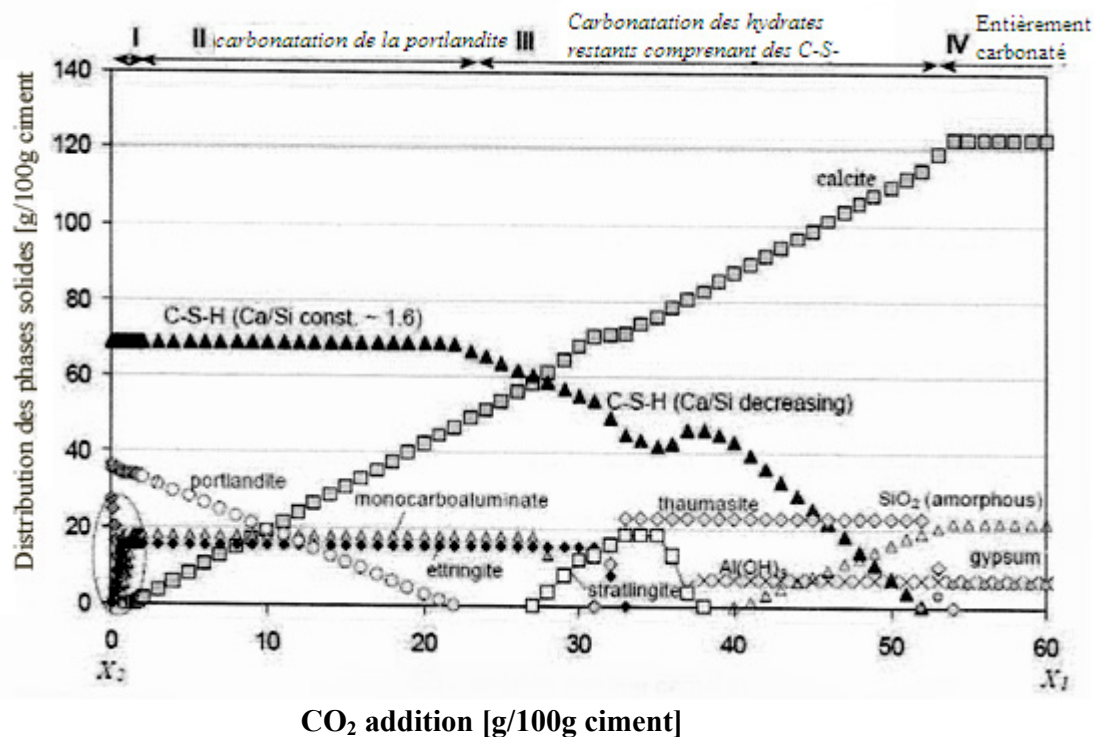


Figure 1. 12 Impact de la carbonatation sur la minéralogie d'une pâte de ciment modèle à 25° C et à saturation sous  $PCO_2$  atmosphérique. La distribution des phases solides est fonction de la quantité de  $CO_2$  absorbé : le diagramme représente la séquence des zones ; mais pas leur épaisseur réelle [Glasser & Matschei, 2007]

## 1.5.5. Conséquence de la carbonatation sur le béton

### 1.5.5.1. Porosité

Une conséquence du phénomène de carbonatation correspond à une densification de la zone carbonatée par rapport au béton sain. Cette densification, peut, dans certaines conditions, conduire à une diminution de la porosité de la zone carbonatée de 10 à 15 %, formant ainsi une barrière diffusionnelle limitant les phénomènes de transfert. On dit alors que *les pores sont colmatés*. En effet, l'impact de la carbonatation sur les matériaux à base de ciment montre que la porosité, mesurée par intrusion de mercure, d'une pâte de ciment de E/C = 0,3 chute de 31,6% à 25,6% après 32 mois de carbonatation naturelle [Houst et Wittmann, 1994].

[Ngala et Page, 1997] généralisent ce résultat sur des pâtes de ciment à E/C variant de 0,3 à 0,8. Ils observent alors des baisses de porosité en absolu allant de 10 à 15%.

### 1.5.5.2. Evolution de la microstructure

La réaction de carbonatation entraîne une augmentation du volume de la phase solide. Le tableau 1.2 fournit les valeurs du volume molaire de la portlandite à comparer à celle des trois formes cristallines de carbonate de calcium.

Cristaux	Volume molaire ( $\text{cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ )
Ca (OH) <sub>2</sub> Portlandite	33
CaCO <sub>3</sub> Calcite	35
CaCO <sub>3</sub> Vatérite	38
CaCO <sub>3</sub> Aragonite	34

Tableau 1. 2 Volume molaire de la calcite, de la vatérite, de l'aragonite et de la portlandite.

Par le dépôt du CaCO<sub>3</sub>, la porosité totale diminue et le mode poreux des capillaires est déplacé vers les plus grands rayons (la porosité capillaire augmente). Les plus gros pores ne semblent pas être affectés, mais le volume des plus petits est réduit d'un facteur 2 [Baroghel-Bouny, 1994].

### 1.5.5.3. Retrait de carbonatation

Comme nous venons de le voir, la carbonatation de Ca(OH)<sub>2</sub> entraîne une augmentation du volume des solides, de 10 à 15 % selon que le produit de la réaction est de la calcite ou de la vatérite. Il paraît illogique que cette réaction entraîne un retrait et non un gonflement. Pourtant toutes les expériences mettent en évidence un retrait. Pour expliquer cette apparente contradiction, plusieurs explications ont été avancées :

- Selon Powers [Powers, 1962], le retrait de carbonatation est dû à la dissolution des cristaux d'hydroxyde de calcium alors que ceux-ci sont soumis à une contrainte de compression. Le retrait de carbonatation à humidité constante est proportionnel à l'augmentation temporaire de compressibilité de la pâte de ciment durcie résultant du transfert de l'hydroxyde de calcium des régions sous contrainte et du dépôt de carbonate de calcium dans des régions où celui-ci n'est pas sous contrainte. D'autre part, la carbonatation des particules de C-S-H, le silicate de calcium hydraté, a lieu par une réaction sans dissolution. La carbonatation du C-S-H ne provoque ainsi pas de déformation de l'échantillon.

La diminution de la quantité d'eau chimiquement liée, c'est-à-dire de l'eau faisant partie des particules de C-S-H, a également été avancée comme cause du retrait de carbonatation selon (Swenson et Sereda, 1968). Dans ce cas, il faut attribuer le retrait de carbonatation, non plus essentiellement à l'hydroxyde de calcium, mais bien au C-S-H. Cette explication est basée sur l'observation qu'il y a moins d'une molécule d'eau libérée lors de la réaction d'une molécule de  $\text{CO}_2$  avec la pâte de ciment durcie, alors que lors de la carbonatation de l'hydroxyde de calcium, une molécule de  $\text{CO}_2$  libère une molécule d'eau. Selon Swenson et Sereda, le retrait de carbonatation serait lié à la déshydratation et la polymérisation du gel de silice formé lors de la carbonatation. (Groves et col, 1990) ajoutent qu'au cours de la carbonatation, le transfert de calcium des zones internes vers les zones externes des C-S-H pourrait conduire au retrait de carbonatation du matériau.

Enfin, le retrait de carbonatation correspondrait à une forme de retrait de dessiccation associé à la production d'eau par carbonatation. Swenson et Sereda, signalent en 1968 que le transfert de l'eau libérée est freinée par la présence d'une gangue de  $\text{CaCO}_3$  autour des cristaux de portlandite ; ce qui crée un gradient de teneur en eau à travers la couche de carbonates entre l'interface  $\text{Ca(OH)}_2$  -  $\text{CaCO}_3$  et les pores où l'humidité est plus facilement évacuée. Globalement, ce gradient hydrique serait suffisant pour occasionner la fissuration de la gangue de carbonates de calcium et du retrait.

#### **1.5.5.4. Evolution de la teneur en eau**

La carbonatation libère une partie de l'eau qui était à l'origine liée chimiquement aux hydrates, comme l'indiquent les réactions de carbonatation précédemment présentées.

Thiery (2006) illustre par gamma densimétrie l'augmentation du taux de saturation en eau liquide qui résulte de la carbonatation de la matrice cimentaire. Il démontre que cette augmentation est liée physiquement à la diminution de porosité engendrée par la carbonatation, et chimiquement à la seule carbonatation du  $\text{Ca(OH)}_2$ . La carbonatation des C-S-H hydratés n'affecte pas suffisamment la nature de l'eau chimiquement liée pour qu'elle se libère. L'eau libre relarguée, peut évidemment participer à la composition de la solution interstitielle et contribuer au transport d'agents agressifs.

#### **1.5.5.5. La résistance en compression**

La baisse de la porosité liée à la carbonatation entraîne une augmentation de la résistance mécanique. En réalité, c'est toute la répartition des volumes poreux qui est modifiée [Baroghel-Bouny et col, 2004 et Thiery, 2005]. La calcite qui s'est formée consolide la microstructure. Il est bien connu que le carbonate de calcium est un excellent liant. La résistance à la compression et à la flexion de bétons au ciment CEM I conservé dans une atmosphère de  $\text{CO}_2$  peut augmenter au maximum de 30 % par rapport aux mêmes bétons conservés en atmosphère exempte de  $\text{CO}_2$  [Thiery, 2005].

#### **1.5.6. Conséquence de la carbonatation sur le béton armé**

Même si la porosité du béton diminue suite au phénomène de carbonatation, elle n'empêche pas en parallèle le passage des agents agressifs venant de l'extérieur. En effet, elle est à l'origine de la diminution de sa capacité à isoler l'acier des substances agressives du milieu extérieur.

Elle entraîne la corrosion des armatures, suite à la baisse du pH de la solution interstitielle, qui ne seraient alors plus passivée. Les dégradations se manifesteront par l'éclatement du béton d'enrobage suite au gonflement des produits d'oxydations.

### 1.5.6.1. Corrosion des armatures dans le béton armé

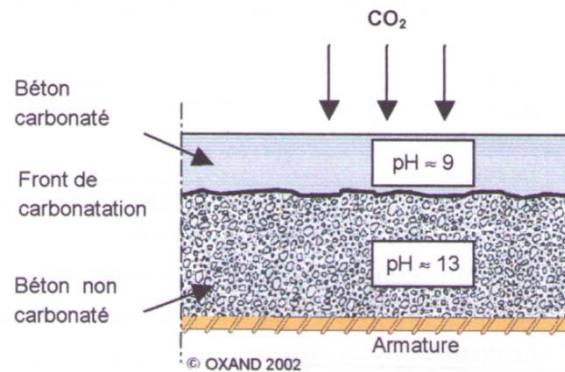


Figure 1. 13 Progression de la carbonatation (Oxand, 2002)

La solution dans les pores du béton est une solution alcaline qui a un  $pH$  proche de 13. Dans un tel milieu, l'acier est passivé. Or, la carbonatation du béton entraîne une baisse du  $pH$  à une valeur d'environ 9 (figure 1.13). Ainsi, le film passif est détruit. Dans ce milieu, l'armature voit alors son potentiel électrique chuter vers les valeurs négatives. Elle se retrouve dans une zone de corrosion qui se traduit par la formation de produits expansifs avec une augmentation de volume. Les variations volumiques induisent des contraintes dans le béton d'enrobage et au-delà d'un certain seuil, l'apparition de petites fissures puis éclatement de la couche d'enrobage (figure 1.14). Apparaît ensuite une corrosion généralisée se traduisant par une diminution progressive de la section des armatures et menaçant la capacité portante de l'ouvrage.



Figure 1. 14 Exemples de corrosion par carbonatation et d'éclatement de béton d'enrobage [(1) et (2) source [http://fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:Betonrot\\_Hippodroom.JPG](http://fr.wikipedia.org/wiki/Fichier:Betonrot_Hippodroom.JPG), (3) et (4) Dak, 2009]

Rappelons que l'état hydrique du béton est un paramètre déterminant vis-à-vis de la corrosion des armatures, d'une part pour le transport des espèces chimiques (nécessité d'une phase gazeuse pour le transport du  $\text{CO}_2$ ) et d'autre part pour les réactions chimiques. En outre, la corrosion est un phénomène électrochimique. Elle nécessite donc un électrolyte, c'est-à-dire la présence d'eau. En dehors des zones d'immersion totale, cette eau ne peut être apportée au niveau de l'acier que par l'humidité de l'air ou par les précipitations atmosphériques.

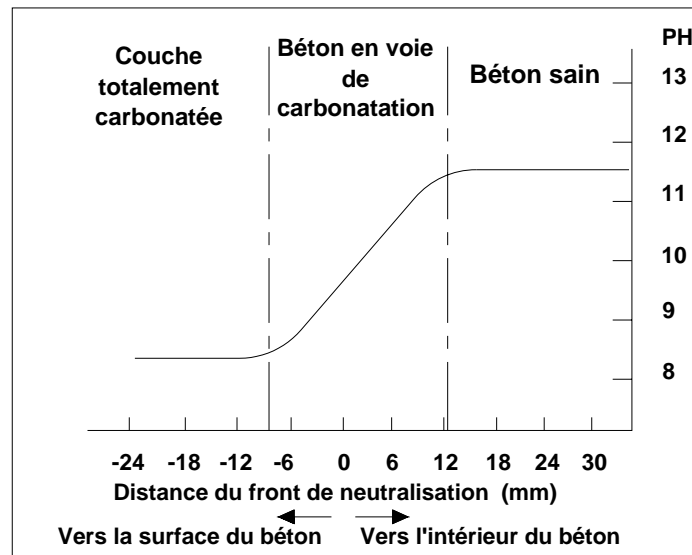


Figure 1. 15 Gradient de pH en fonction de la profondeur carbonatée [Baron, Ollivier, 1992].

Lorsque le béton frais est mis en place autour de cet acier, l'eau de gâchage pénètre à travers les pores de la rouille (déjà présente autour des armatures), où elle forme progressivement de la ferrite de calcium hydraté ( $4.\text{CaO}.\text{Fe}_2\text{O}_3.13\text{H}_2\text{O}$ ). Mais surtout, cette eau réagit avec l'acier métallique et forme sur celui-ci une fine couche d'hydroxydes de fer [ $\text{Fe}(\text{OH})_2$ ] et de calcium [ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ]. Tous ces produits au voisinage de l'acier donnent à la solution interstitielle du béton un pH élevé, de l'ordre de 13. Il est à noter qu'au contact de la rouille initiale, l'hydratation du ciment est perturbée : il se forme localement une zone de transition, au-delà de laquelle le béton a des caractéristiques plus homogènes.

L'eau de gâchage du béton permet donc de former autour de l'acier des produits, qui le protègent par passivation. Une telle protection disparaît si la solution interstitielle a disparu (cas des grandes fissures qui atteignent les armatures) ou ne correspond plus à un béton sain.

### 1.5.6.2. Les phases de corrosion (incubation et propagation)

La corrosion liée à la carbonatation de l'acier se déroule suivant 2 étapes distinctes, une phase d'initiation ou d'amorçage appelée aussi phase d'incubation et une phase de propagation (figure 1.16). Le passage de l'une à l'autre correspond à la « dépassivation » de l'acier (point A).

La phase « d'amorçage » correspond à la pénétration des agents agressifs (principalement le gaz carbonique, l'air et les chlorures) au travers de la couche d'enrobage, jusqu'au démarrage de la corrosion de l'armature (destruction du « film passif »). La période d'amorçage ou d'incubation dépend en grande partie des processus assurant le transport des éléments agressifs jusqu'à l'armature, mais aussi des réactions chimiques se produisant au sein du béton et des réactions électrochimiques à l'interphase. La qualité de l'enrobage (perméabilité,



épaisseur...) joue un rôle fondamental sur la pénétration des agents agressifs (Dhir et col, 1993).

La phase de propagation de la rouille conduit à la fissuration, puis à la destruction de l'enrobage (point D). Ceci illustre la vie de service d'une structure armée. (Tuutti, 1982)

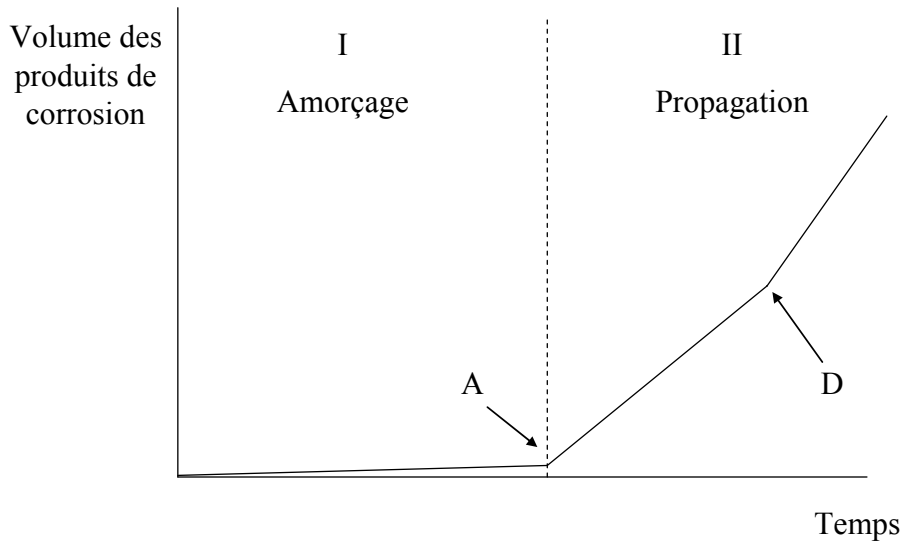


Figure 1. 16 Evolution du comportement des armatures et du béton d'enrobage [Tuutti, 1982]

### 1.5.6.3. Dégradation des armatures

Du point de vue chimique :

La corrosion des armatures en acier dans le béton est un processus électrochimique qui implique l'existence d'une anode, d'une cathode et d'un milieu électrolytique pour constituer une pile électrochimique. La création de ces piles sur l'armature conduit à la dissolution du métal dans les zones anodiques selon la réaction d'oxydation :



Les électrons libérés par la réaction anodique sont consommés à la cathode par la réaction cathodique :

- En présence d'oxygène :



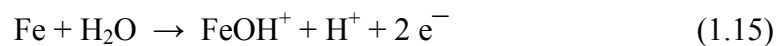
- En absence d'oxygène :

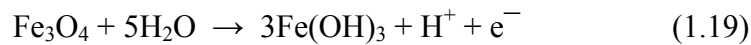
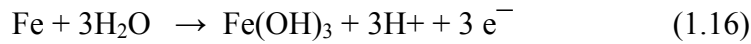


Ensuite, les ions ferreux réagissent avec les ions  $\text{OH}^{-}$  pour former de l'hydroxyde ferreux :



Les réactions se poursuivent :





Puis, une oxydation lente conduit aux oxydes hydratés :  $\gamma$ -FeOOH (lépidocrocite) qui représente la rouille fraîchement formée,  $\alpha$ -FeOOH (goethite) qui représente la rouille vieillie, et la magnétite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

La rouille formée sur les armatures est un mélange de ces trois constituants, en proportions variables dépendant de nombreux facteurs comme l'âge du béton et la nature du milieu environnant. La quantité de magnétite est toujours petite.

La corrosion des aciers d'armature peut provoquer des dommages au béton environnant du fait que la rouille est formée de produits fortement expansifs. En effet, suivant l'état d'oxydation, le fer métallique forme des oxydes dont le volume peut être jusqu'à **six (6) fois** supérieur au volume initial, comme le montre la figure 1.17. (Al Hajjar, 2008)

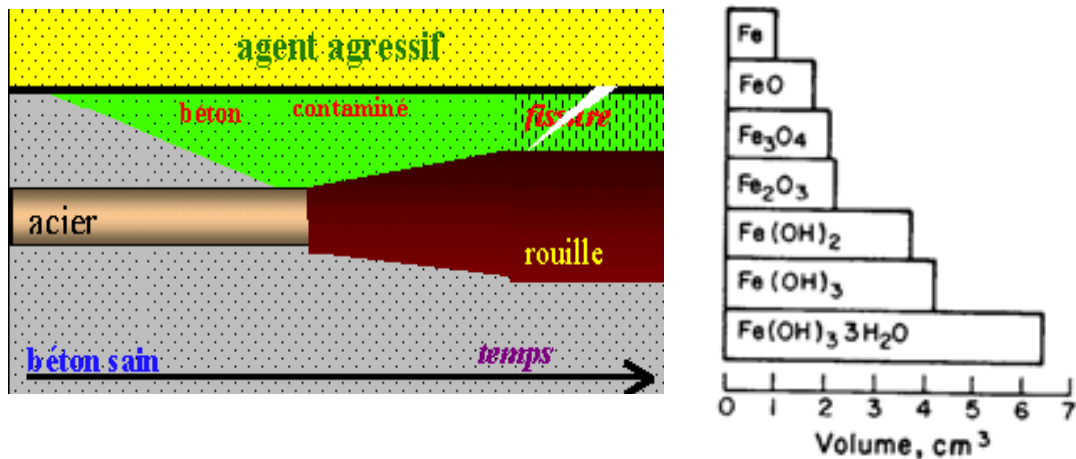


Figure 1. 17 Volume relatif des produits d'oxydation du fer [Al Hajjar, 2008]

## 1.5.7. Facteurs influençant le degré de carbonatation

### 1.5.7.1. Influence de la formulation et du rapport E/C

La profondeur de pénétration de la carbonatation dépend de la microstructure du béton. La porosité par laquelle pénètre le  $\text{CO}_2$  est influencée par les paramètres de formulation du béton. Le rapport Eau/Liant aussi a une grande importance sur l'interconnexion du réseau poreux des bétons et par conséquent sur la perméabilité et la diffusivité du  $\text{CO}_2$  au sein du béton (figure 1.18). De nombreuses recherches montrent que la profondeur de carbonatation, à échéance donnée, augmente avec la porosité et avec le rapport Eau/Liant [Papadakis et col, 1992b ; Ounoughi et col, 2000 ; Baroghel-Bouny, 2004]

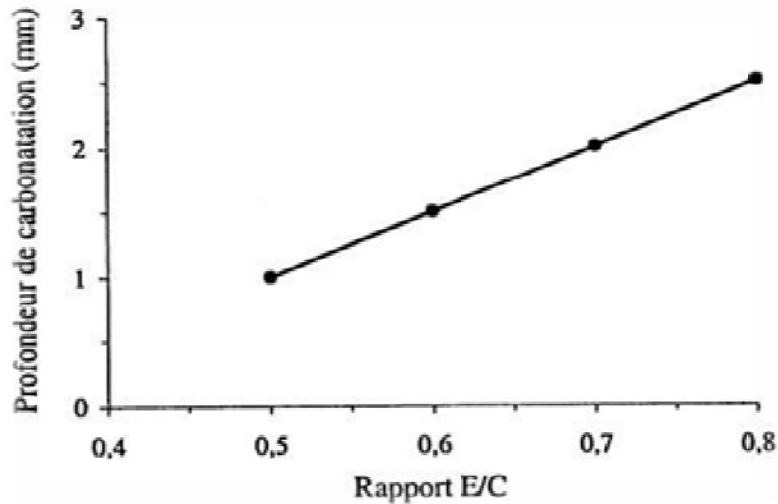


Figure 1. 18 Influence du rapport E/C sur la carbonatation des pâtes de ciment [Baroghel-Bouny, 2004]

### 1.5.7.2. Influence du dosage en ciment

La vitesse de carbonatation varie à l'inverse du dosage en ciment. Plusieurs auteurs se sont mis d'accord sur ce point [Venuat et Alexandre, 1968a, Parrott, 1987, Duval, 1992 rapporté par Hyvert, 2009]. Si le dosage en ciment est réduit en deçà de  $300 \text{ kg/m}^3$ , la vitesse de carbonatation augmente plus rapidement (figure 1.19). Cette propriété est la conséquence de la diminution de la compacité du matériau. Donc, plus le dosage en ciment est élevé, plus la réserve en hydrates susceptibles de se carbonater est grande (Baron et col., 1996). Les dosages élevés en ciment, du moins à une valeur seuil, tendent à freiner la vitesse de pénétration du gaz carbonique à condition que la cure soit suffisante (Houst, 1992).

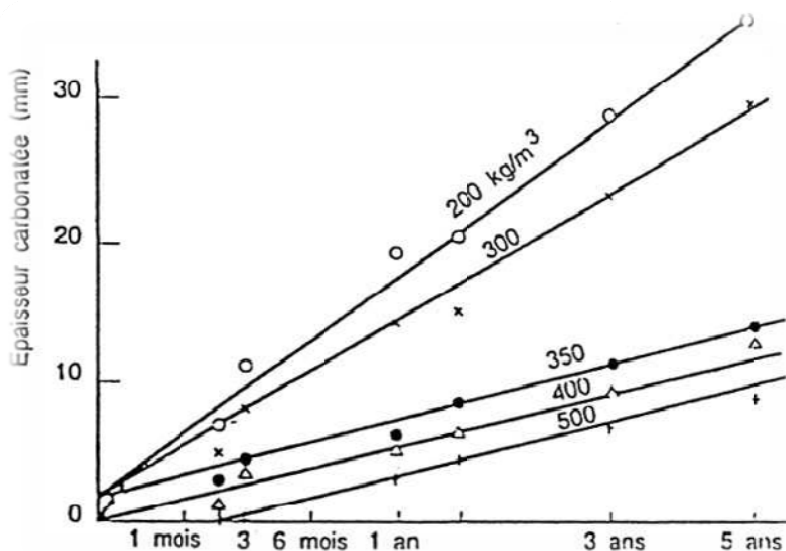


Figure 1. 19 Relation entre épaisseur carbonatée et dosage en ciment [Duval, 1992]

### 1.5.7.3. Influence de la nature du ciment

Les caractéristiques chimiques de la matrice cimentaire sont fortement liées à la nature du ciment utilisé. Il est couramment rapporté dans la littérature que l'ajout de pouzzolanes (cendres volantes et de laitiers) augmente la profondeur de carbonatation : à une échéance donnée, la profondeur carbonatée est supérieure pour les ciments composés (Papadakis et col, 1992a; Chaussadent 1999; Khan & Lynsdale, 2002; Burden, 2006). Plus le taux d'ajouts est élevé et plus la profondeur de carbonatation est importante. La figure 1.20 montre les résultats de profondeur carbonatée mesurée par pulvérisation de phénolphtaléine par (Ounoughi et col, 2000). Il est constaté que l'effet est d'autant plus important pour le ciment aux laitiers (CEM III) par rapport au ciment portland (CEM I).

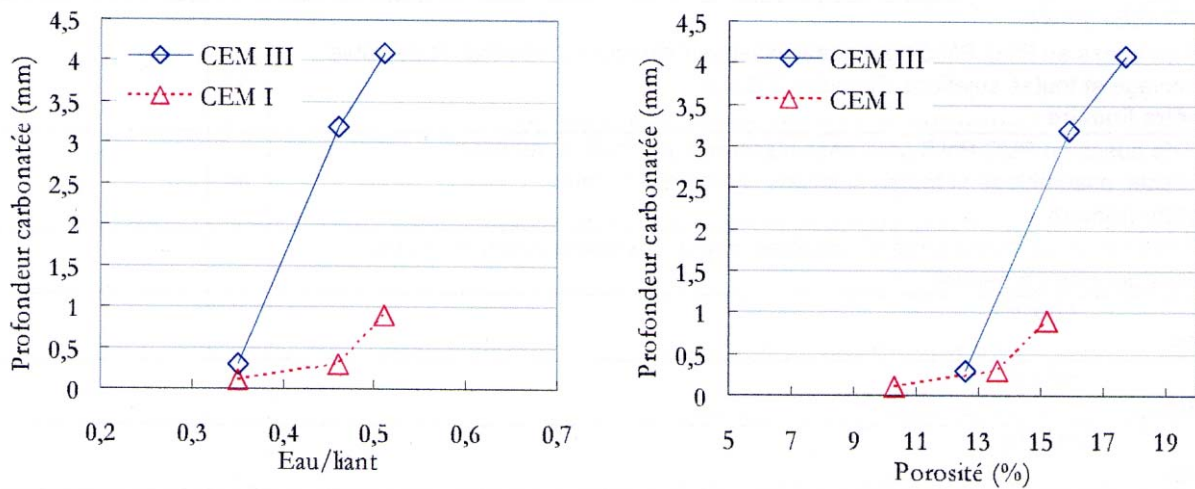


Figure 1. 20 Influence de la nature du ciment sur la profondeur de carbonatation (mm) dans le cas d'essais accélérés (100% CO<sub>2</sub>, 65%HR, 20°C) à échéance d'1 mois [Ounoughi et col, 2000 et Drouet, 2010].

### 1.5.7.4. Influence des additions

L'utilisation de quantités d'additions minérales importantes, en particulier des teneurs en cendres volantes supérieures à 30 % (Baron et col., 1996) et en laitiers supérieures à 50 % est proscrite. L'influence négative de ces additions sur la résistance à la carbonatation a été vérifiée par d'autres études ; mais il a été prouvé que son amplitude pouvait dépendre fortement de la durée de cure humide. Les fillers calcaires et siliceux semblent avoir une bonne influence dans le cas d'un préconditionnement humide (28 jours), et une influence négative dans le cas d'une conservation sèche trop prématurée, c'est-à-dire un démoulage à environ 30 % de la résistance moyenne à 28 jours [Rozière 2007].

En effet, les additions peuvent a priori intervenir à trois niveaux : dilution de la chaux du clinker et des additions entraînant la réduction de la quantité initiale de portlandite, consommation de la portlandite par réaction pouzzolanique, diminution de la compacité au démoulage due à la faiblesse de l'indice d'activité au jeune âge.

Il a été observé que la profondeur de carbonatation diminue quand le taux de substitution des granulats par des additions telles que la fumée de silice ou les cendres volantes augmente (figure 1.21), mais qu'elle augmente avec le taux de substitution du ciment (Papadakis, 2000)

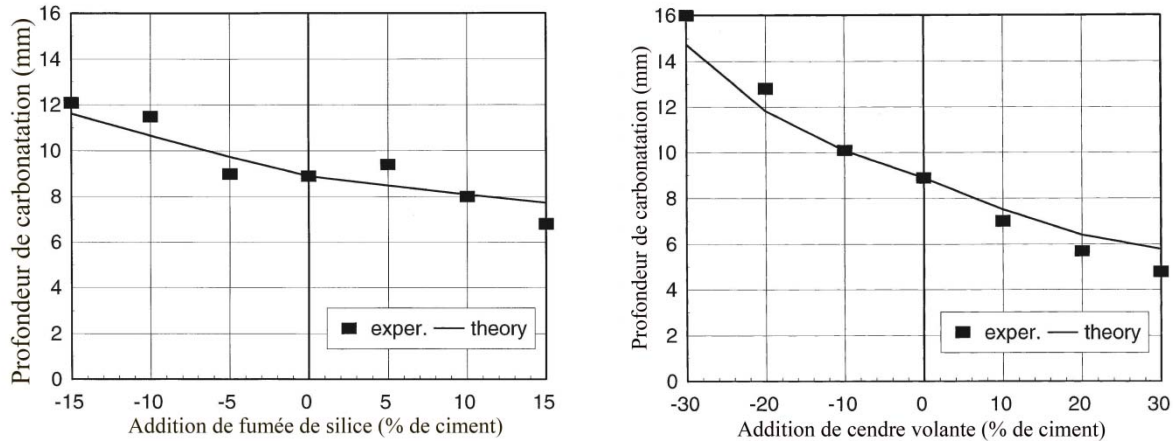


Figure 1. 21 Résultats expérimentaux et modèle prédictif de profondeur de carbonatation avec substitution de quantité de fumée de silice et de cendre volante. La partie droite du graphe concerne la substitution des agrégats et la partie gauche du graphe la substitution du ciment [Papadakis, 2000]

Les additions minérales sont de plus en plus souvent utilisées par les producteurs de bétons. Puisqu'il s'agit généralement de sous-produits industriels, leur prise en compte dans la formulation des bétons pour le respect du dosage minimum en ciment revêt un intérêt particulier sur le plan économique (réduction du coût des matières premières) et écologique (réduction des émissions de CO<sub>2</sub> et de la consommation de ressources non renouvelables). Cette prise en compte est autorisée par la norme européenne EN 206-1 pour certaines additions à caractère pouzzolanique et/ou hydraulique latent (type II) par l'intermédiaire d'un coefficient k affecté à l'addition. Les exigences normatives qui imposent, en fonction du lieu d'utilisation, un rapport eau/ciment maximum et un dosage en ciment minimum sont dans ce cas remplacées en considérant un rapport « eau/liant équivalent » maximum et un dosage en liant équivalent minimum. Le liant équivalent (Leq) est alors défini comme la somme d'une quantité de ciment (C) et d'une quantité d'addition (A) pondérée de son coefficient k, selon la formule :

$$(L_{eq} = C + k.A) \quad (1.20)$$

Où k est le coefficient de prise en compte de l'addition considérée.

#### 1.5.7.5. Influence des fillers calcaires

Une étude de caractérisation de filler calcaire a été mise au point afin d'évaluer les propriétés de mortiers et bétons additionnés de fillers calcaires [Courard, 2010]. Le concept du coefficient k, tel que défini dans la norme européenne EN 206-1 pour les additions à caractère hydraulique et pouzzolanique, a été utilisé pour formuler les bétons. La composition du béton de référence sans filler est choisie pour satisfaire les exigences de durabilité pour une application en Belgique dans un environnement extérieur (gel et contact avec la pluie).

D'une manière générale, les résultats expérimentaux indiquaient que, malgré la diminution de la teneur en ciment et l'augmentation du rapport eau/ciment des bétons additionnés de filler calcaire, des propriétés équivalentes sont obtenues en termes de résistance en compression, absorption d'eau par immersion, retrait de séchage et résistance à la carbonatation. Par contre, l'absorption d'eau capillaire est systématiquement augmentée et un gonflement important est observé avec certains fillers en cas d'immersion dans une solution à haute teneur en sulfates.

Les résultats indiquent également que la contamination des fillers par des particules argileuses contribue à augmenter la demande en eau des bétons.

Une étude sur des mortiers fortement chargés en fillers calcaire effectuée par [Benachour et col. (2008)] a montré que la masse volumique et la porosité sont très influencées par l'ajout de fines. Au-delà de 15 % de fillers (figure 1.22) il a été observé une chute progressive de la densité par palier de 2,7 à 2,9 % et une augmentation de la porosité jusqu'à atteindre une valeur double. En revanche, la résistance à la compression (figure 1.23) est meilleure qu'avec le mortier de référence pour des taux de fillers allant jusqu'à 35 %. (Benachour et col., 2008)

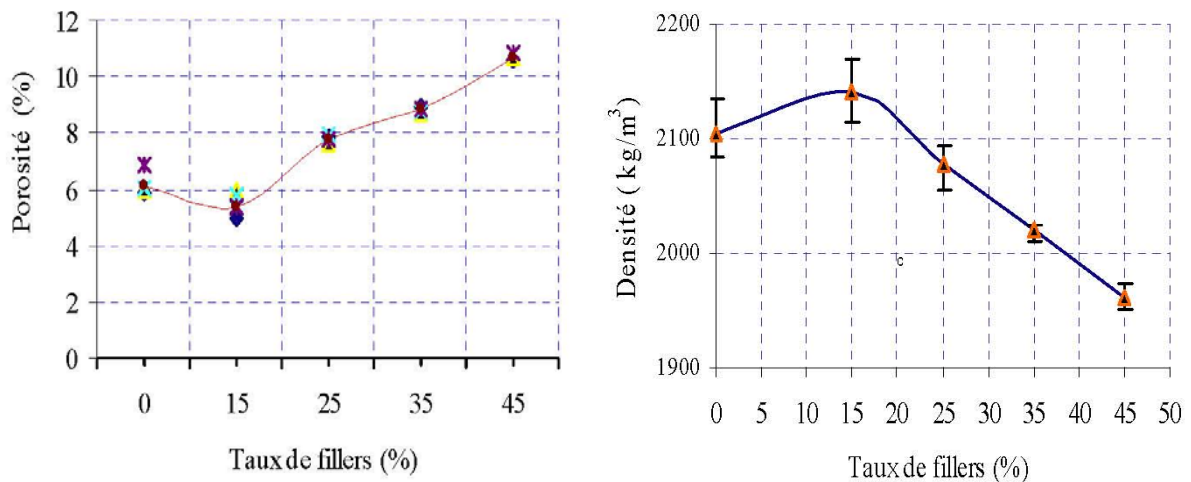


Figure 1. 22 Variation de la porosité et de la masse volumique des mortiers additionnés de filler [Benachour et col, 2008]

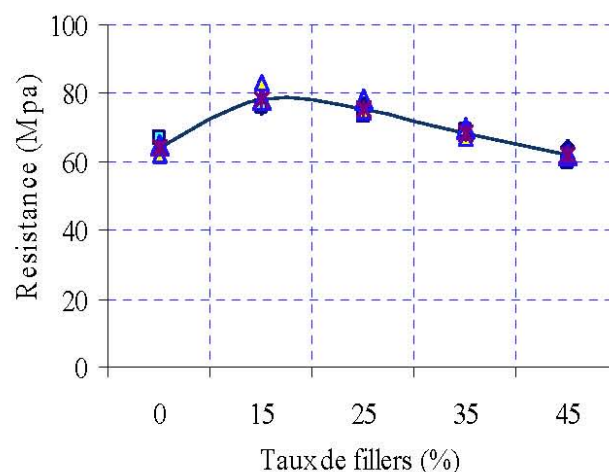


Figure 1. 23 Résistance à la compression des mortiers additionnés de filler [Benachour et col, 2008]

### 1.5.7.6. Influence de la cure

Les caractéristiques d'un béton durci dépendent, grandement des conditions de conservation qui déterminent, dans une large mesure, les réactions d'hydratation et la porosité du matériau. Lorsque le durcissement d'un béton s'effectue dans l'eau, on observe une réduction progressive de la porosité. Il en est tout autrement si le mûrissement a lieu en contact direct avec l'atmosphère et si aucune précaution de cure humide n'est prise. Après démoulage ou

décoffrage et en l'absence de cure, le béton d'enrobage proche de la surface perd rapidement son eau par dessiccation et l'hydratation de cette couche est limitée. Le degré d'hydratation est alors plus faible et la porosité plus élevée, ce qui facilite la carbonatation de cette zone (Baron et col, 1996).

Fattuhi (1988) compare la carbonatation de bétons ayant subi une cure durant 1, 3, 5, 7 et 28 jours dans l'eau à 23° C (figure 1.24). Ces échantillons présentent respectivement un taux de carbonatation de 66, 53, 42, 39 et 17 % par rapport aux mêmes échantillons conservés dans l'air (HR variant entre 22 % et 63 %).

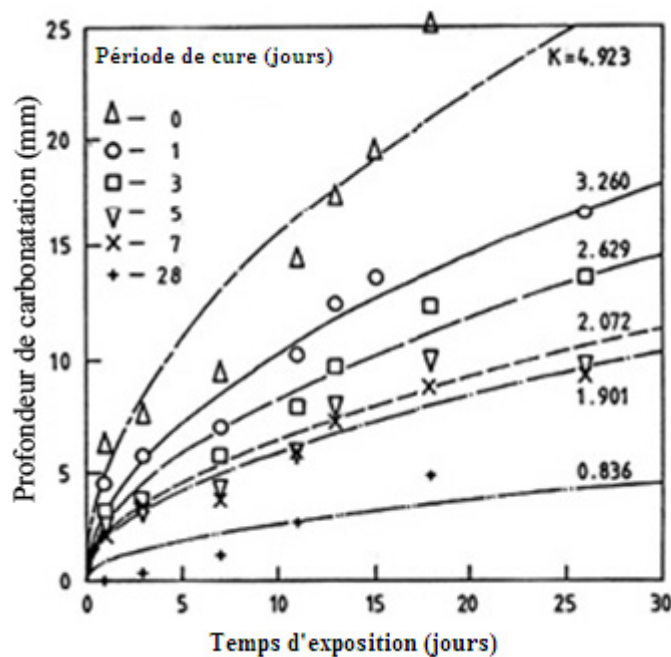


Figure 1. 24 Profondeur de carbonatation en fonction du temps pour un béton ayant subi une cure pendant 0, 1, 3, 5, 7 et 28 jours [Fattuhi, 1988]

Une cure humide permet en effet une hydratation plus complète du béton d'enrobage, donc la fermeture de la porosité et la diminution du coefficient de diffusion du CO<sub>2</sub>. Cette sensibilité au mode de cure peut être amplifiée par l'augmentation de la proportion d'additions utilisée en substitution du ciment. Pour les additions à caractère pouzzolanique telles que les cendres volantes, on peut craindre en outre la consommation de la portlandite par la réaction pouzzolanique. Une étude systématique a été menée sur ces aspects (Burden, 2006) pour tenter de quantifier l'augmentation du risque lié à la cure, pour des bétons aux cendres. La profondeur carbonatée après 90 jours d'essai accéléré (à 1% de CO<sub>2</sub>) augmente avec le taux de substitution du ciment par les cendres ; mais tous les liants, y compris le témoin, montrent une forte sensibilité à la durée de cure humide (figure 1.25).

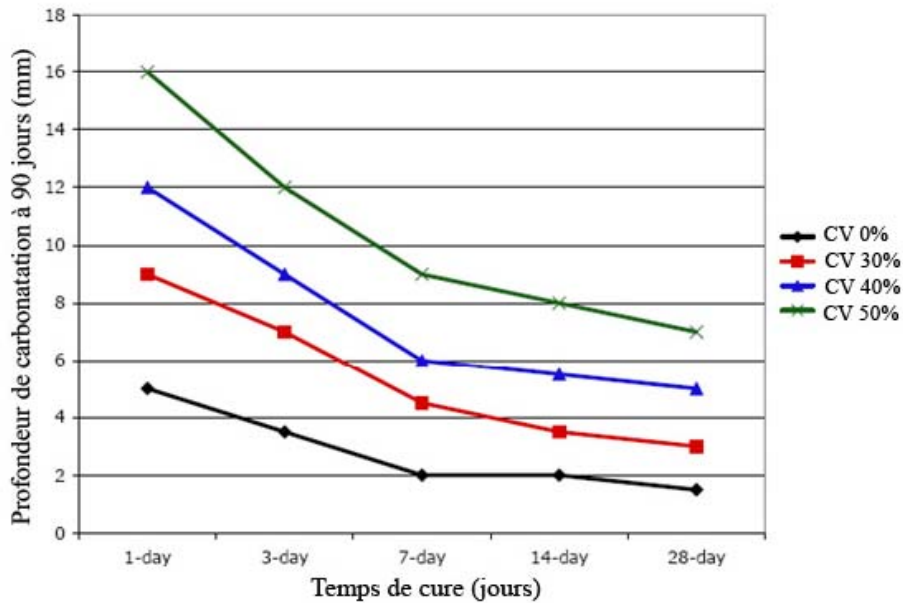


Figure 1. 25 Sensibilité des bétons aux cendres à la durée de cure humide. Essai accéléré [Burden, 2006]

Comme nous l'avons signalé au § 5.7.3 ci-dessus, que l'ajout de pouzzolane tel que les laitiers augmentait la profondeur de carbonatation. Plus le taux d'ajouts est élevé et plus la profondeur de carbonatation est importante et qu'à une échéance donnée, la profondeur carbonatée était supérieure pour les ciments composés. [Younsi et col, 2010] ont montré que le mode de conservation (cure humide de 27 jours) des bétons avec addition de laitiers, L30 (30% de laitiers) et L75 (75% de laitiers) avait une influence notable sur la profondeur de carbonatation (essai accéléré) qui a diminué de plus de 50% par rapport aux mêmes bétons conservés à l'air. Ces bétons se comportaient presque de la même façon qu'un béton de référence RefI à base de CEM I 52.5 (figure 1.26).

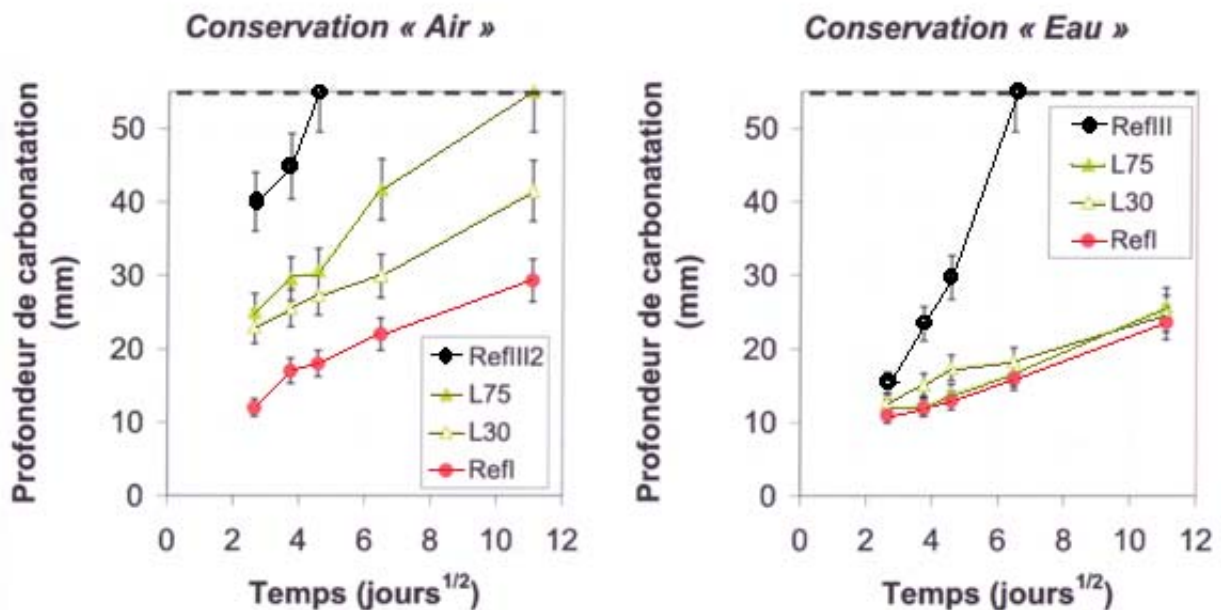


Figure 1. 26 Influence du mode de conservation sur la profondeur de carbonatation [Younsi et col, 2010]



### 1.5.7.7. Effets de paroi

Durant la mise en place du béton, une partie des granulats vient s'immobiliser contre les parois du coffrage et, au cours de la vibration, le centre des gros granulats ne peut pas s'approcher plus près des parois du coffrage que de leur rayon. Le volume occupé par le vide entre les gros granulats est donc plus important que dans le béton de masse (figure 1.27). Ce phénomène conditionne en partie la microstructure du béton de peau qui est plus riche en particules fines et en pâte de ciment. Cette zone est plus poreuse, ce qui contribue à faciliter la pénétration du dioxyde de carbone (Miragliotta, 2000) ; mais elle est aussi plus riche en hydrates, ce qui tend à ralentir la progression de la carbonatation et permet de maintenir un pH élevé plus longtemps. Cette deuxième caractéristique chimique est bien sûr à nuancer si la cure hydrique est insuffisante.

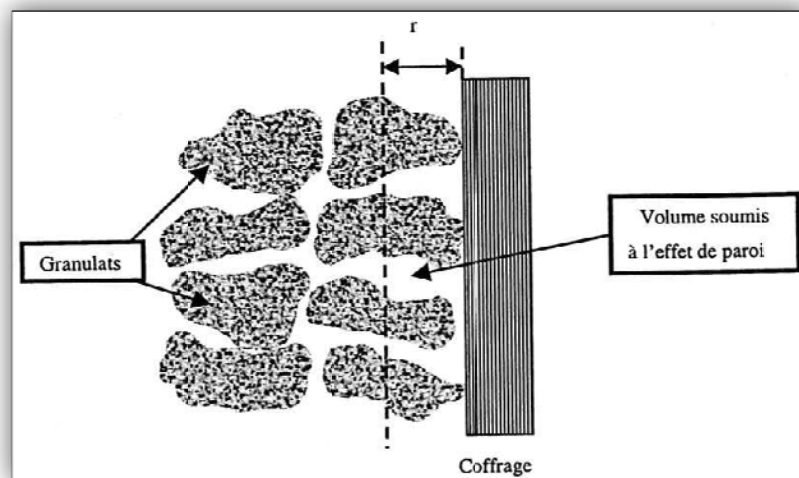


Figure 1. 27 Effet de paroi au voisinage d'un coffrage [Sadouki, 1987]

### 1.5.7.8. Effet de la température

L'effet de la température est toujours incertain, d'autant que deux facteurs s'opposent : la solubilité des réactifs est rétrograde [Dheilly et col, 1996] tandis que le transport serait a priori favorisé en température [Liu et col, 2001].

Une étude récente menée par Drouet (Drouet, 2010) a montré que la cinétique de carbonatation est accélérée en température du moins jusqu'à une température optimale donnée, caractéristique de la formulation des ciments. En-deçà de cette température « seuil », la cinétique de carbonatation est accélérée en lien avec la thermo-activation du transport.

Drouet [Drouet, 2010] a pu conclure que cette température optimale était inférieure pour les ciments avec pouzzolanes. Il est probable qu'au-delà de cette température, la diminution de la solubilité des hydrates est telle que la solubilité rétrograde devient le facteur limitant. La température optimale étant inférieure pour les formulations dont la solubilité des hydrates est plus faible, appuie cette hypothèse. En somme, le résultat peut être généralisé sous le constat, que quelles que soit les formulations, les profondeurs carbonatées sont supérieures à 50 et 80° C par rapport à 20° C (figure 1.28).

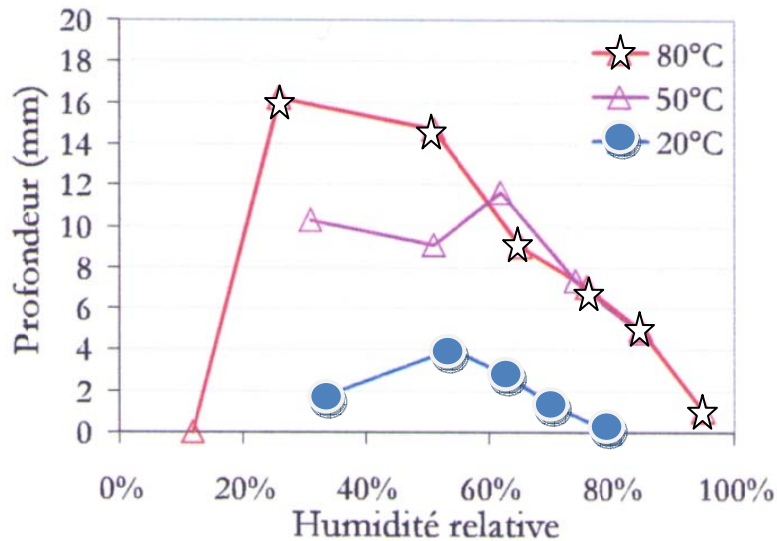


Figure 1. 28 Impact de la température sur les profondeurs carbonatées de mortier à base d'un ciment portland ordinaire à base de filler calcaire CEM II 42,5 [Drouet, 2010]

### 1.5.7.9. Influence du taux de CO<sub>2</sub>

Il existe une étroite corrélation entre la concentration en CO<sub>2</sub> de l'atmosphère environnant le matériau et l'aptitude de celui-ci à se carbonater. Les épaisseurs carbonatées sont évidemment plus élevées dans les ambiances les plus riches en CO<sub>2</sub>. La figure 1.29 représente deux types d'échantillons : l'échantillon 1 est conservé sous une atmosphère normale où règne un taux de CO<sub>2</sub> de 0,03% et l'échantillon 2 est conservé dans un milieu plus riche en CO<sub>2</sub> soit à un taux de 0,2%. Ainsi, tel qu'elles sont représentées sur cette figure, les épaisseurs carbonatées mesurées ont tendance à être plus élevées dans les ambiances les plus riches en dioxyde de carbone, avec cependant une forte dispersion. Ce comportement est d'autant plus marqué que les résistances mécaniques des bétons sont faibles (inférieures à 30 MPa).

La vitesse de carbonatation du béton dépend principalement de la facilité avec laquelle le dioxyde de carbone de l'air pénètre à l'intérieur de la matrice cimentaire. L'hygrométrie de l'environnement extérieur est donc déterminante, puisqu'elle conditionne le taux de saturation du parement et donc la place laissée pour le transfert du CO<sub>2</sub>. C'est elle qui est la source des transferts hydriques de dessiccation ou d'humidification du matériau.

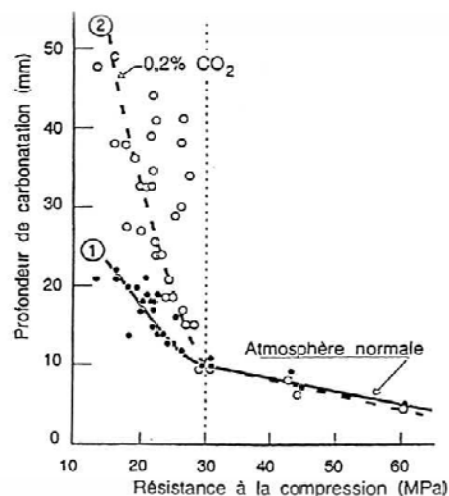


Figure 1. 29 Influence de la teneur en dioxyde de carbone sur la carbonatation [Nischer, 1984 et Hyvert, 2009]

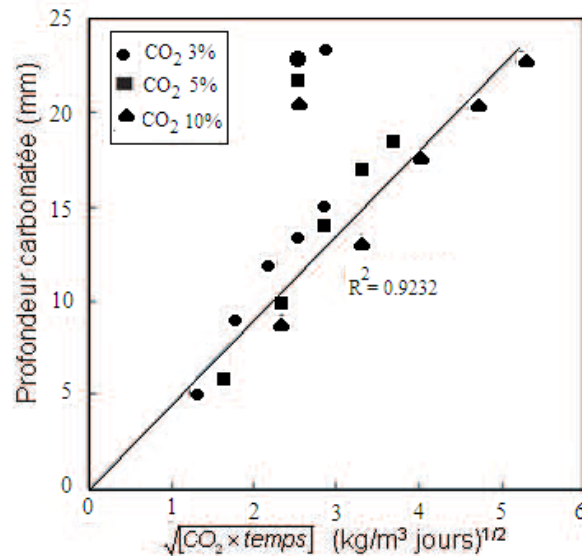


Figure 1. 30 Profondeur carbonatée estimée par projection de phénolphthaléine en fonction du temps et de la concentration en CO<sub>2</sub>. Résultats obtenus sur béton à base de CEMI carbonaté à 20°C et 65% d'HR [Yoon et col, 2007]

Selon (Yoon et col, 2007), l'épaisseur carbonatée croît avec la concentration de CO<sub>2</sub>. Cette épaisseur est proportionnelle à la racine carrée de la concentration du CO<sub>2</sub>. La figure 1.30 montre l'impact de la teneur en CO<sub>2</sub> sur la profondeur carbonatée mesurée par pulvérisation de phénolphthaléine sur des échantillons de béton non préconditionnés.

Une récente étude d'Hyvert Nicholas (Hyvert et col, 2010) confirme que les profondeurs carbonatées augmentent en fonction de la racine carrée du taux de CO<sub>2</sub> et ce pour une teneur comprise entre 0,03 et 50%.

#### 1.5.7.10. Influence de l'humidité relative

L'humidité relative (HR) de l'air avec lequel le matériau cimentaire est en équilibre, est un des facteurs prépondérants de la carbonatation. De nombreux auteurs montrent que l'HR agit directement sur la cinétique de carbonatation [Verbeck, 1958; Papadakis et col, 1991a; Thiery, 2005 ; Roy et col, 1999].

La vitesse de carbonatation est optimale pour des HR intermédiaires, c'est-à-dire suffisamment élevées pour permettre la solubilisation du CO<sub>2</sub>, et suffisamment faibles pour ne pas freiner la diffusion du CO<sub>2</sub>. En effet, à faible HR, la quantité de dioxyde de carbone dissout est le facteur limitant : la quantité d'eau libre est insuffisante et par conséquent la quantité d'ions CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> conditionne la carbonatation. A forte HR, la diffusion du CO<sub>2</sub> est très lente car elle est 1.10<sup>4</sup> fois plus élevée dans un gaz que dans un liquide.

La cinétique de carbonatation est donc faible à très faible lorsqu'un béton est saturé ou placé dans un environnement très sec. En revanche, la carbonatation est maximale lorsque l'humidité relative est comprise entre 40% < H.R < 70% (figure 1.31). Ce domaine correspond en moyenne à quelques couches d'eau adsorbées sur la surface du solide.

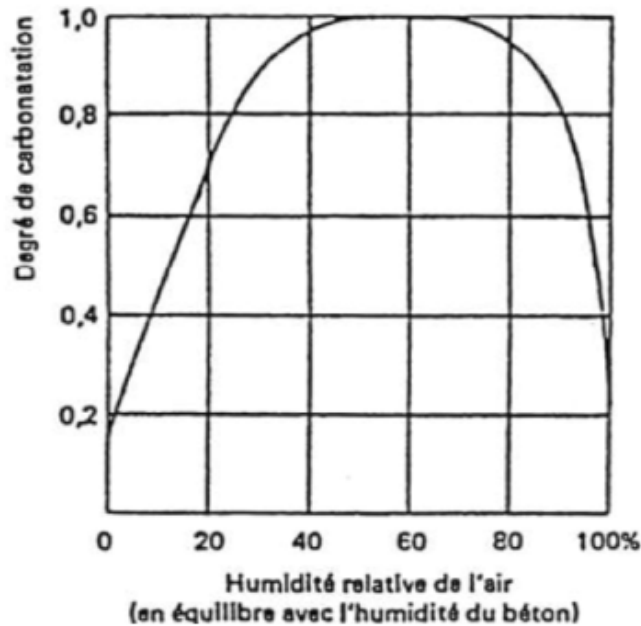


Figure 1. 31 Vitesse de carbonatation en fonction de l'humidité relative [Venuat, 1978]

### 1.5.7.11. Influence de l'adjuvant

Aucune influence d'un superplastifiant n'est notée sur la cinétique de la carbonatation. L'étude réalisée [Dak., 2009] n'a montré aucune différence significative entre le béton formulé à base d'un CEM I avec et sans adjuvant (figure 1.32).

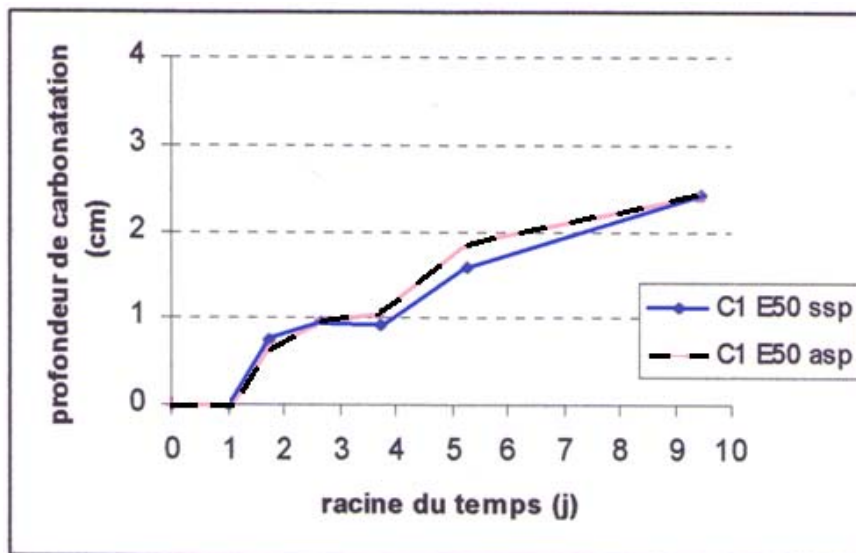


Figure 1. 32 Comparaison de la profondeur de carbonatation d'un béton avec superplastifiant et d'un même béton sans superplastifiant [Dak., 2009]

### 1.5.7.12. Cinétique de la carbonatation

La vitesse de carbonatation obéit à un processus de diffusion du  $\text{CO}_2$  atmosphérique à travers la couche de carbonates formée. D'autre part, l'eau libérée par la réaction de carbonatation (1.7) entraîne une augmentation du taux de saturation, ce qui ralentit la vitesse de migration du dioxyde de carbone.

Cela se traduit donc par une diffusion plus faible du dioxyde de carbone dans le béton, et comme la portlandite devient de moins en moins accessible en raison de la formation du carbonate de calcium, la vitesse du front diminue donc au fur et à mesure de sa progression. Ce qui aboutit à une réaction très lente dans le temps qui peut s'étaler sur plusieurs dizaines d'années (figure 1.33). Elle suit donc une loi linéaire en fonction de la racine carrée du temps [Rafaï et col., 2000] :

$$X_c (m) = K\sqrt{t (s)} \quad (1.21)$$

Où  $X_c$  : Profondeur de carbonatation

$K$  : La valeur du coefficient  $K$  dépend d'un ensemble de facteurs liés aux caractéristiques du béton (le rapport E/C, la nature du ciment, etc..) et aux conditions environnementales (la concentration du dioxyde de carbone, l'humidité relative, etc..).

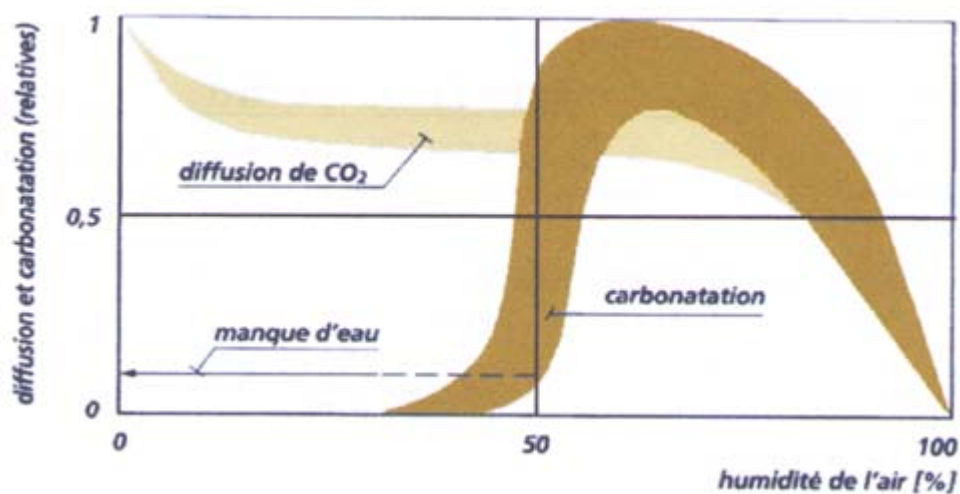


Figure 1. 33 Vitesse de diffusion du dioxyde de carbone et vitesse de carbonatation en fonction de l'humidité relative [Oxand, 2002]

De nombreuses lois empiriques ont été proposées pour fixer une valeur de ce coefficient en fonction des conditions d'exposition. Ces lois ont conduit dans le cadre de modèles à la résolution dans le temps et l'espace de systèmes complexes d'équations différentielles.

## 1.6. MISE EN EVIDENCE DE LA CARBONATATION

Comme nous l'avons déjà vu au chapitre 5.6, la durée de vie des structures en béton armé et précontraint est fonction de deux périodes qui gouvernent les processus de dégradation par corrosion des aciers (Tuutti, 1982) :

- i) la période d'incubation de la corrosion qui correspond au temps que mettent les agents agressifs pour atteindre le premier lit d'armatures
- ii) la période de propagation de la corrosion.

Selon le même auteur, la façon la plus simple et la plus efficace d'augmenter la durée de vie des ouvrages consiste à accroître cette phase d'incubation. C'est aussi l'approche qui est choisie dans le guide de l'A.F.G.C. [Baroghel-Bouny, 2004].

Il est donc nécessaire de pouvoir mesurer cette progression au cours du vieillissement d'un béton, et en phase de conception de comparer les cinétiques de dégradation de matériaux proposés. Ainsi, la détermination de cette progression revient à déterminer l'épaisseur de la

zone carbonatée. Seulement, dans les conditions naturelles d'exposition la carbonatation est un phénomène lent, et les premiers signes apparaissent souvent après plusieurs dizaines d'années sous formes de tâches de rouille sur le parement ou d'éclatement du béton d'enrobage.

Pour pouvoir qualifier une composition de béton vis-à-vis de la carbonatation, l'essai accéléré est le plus recommandé, il répond à la norme EN 18-458 ; cet essai utilise des mélanges gazeux beaucoup plus riches en CO<sub>2</sub>. Ces mélanges sont constitués de 50% de CO<sub>2</sub> et 50% d'air.

### 1.6.1. Vieillessement accéléré

Pour pouvoir qualifier une composition de béton en phase de conception, il est donc nécessaire de disposer d'essais de vieillissement au laboratoire, plus ou moins accélérés et en conditions maîtrisées. Sachant que la teneur en CO<sub>2</sub> de l'air ambiant est comprise entre 0,03 et 1 %, c'est dans ces conditions que se produit la carbonatation naturelle.

La mise au point d'un essai de carbonatation accéléré normalisé selon la norme NF P 18-458, utilise des mélanges gazeux nettement plus riches aux environs de 50% en CO<sub>2</sub>.

Le préconditionnement comporte deux phases. En premier lieu, les échantillons sont d'abord saturés en eau, selon le mode opératoire recommandé pour déterminer la masse volumique apparente et la porosité, ou selon le protocole déterminé. Ils sont ensuite placés dans une étuve ventilée à  $(45 \pm 5)$  °C pendant cinq jours et pesés afin d'accélérer le séchage. Ces échantillons sont ensuite placés dans une enceinte (pour homogénéiser le taux d'humidité au sein de l'échantillon) réglée à  $(20 \pm 3)$  °C et  $(65 \pm 5)$  % d'humidité relative et pesés jusqu'à masse constante. Cette période de préconditionnement dure en général 14 jours.

Sous les mêmes conditions de température et d'hygrométrie, à savoir  $(20 \pm 3)$  °C et  $(65 \pm 5)$  % d'humidité, les échantillons sont ensuite placés dans une enceinte de carbonatation alimentée par un mélange composé de  $(50 \pm 5)$  % de CO<sub>2</sub> et  $(50 \pm 5)$  % d'air avec circulation forcée (figure 1.34). **La teneur en CO<sub>2</sub> doit pouvoir être contrôlée.**

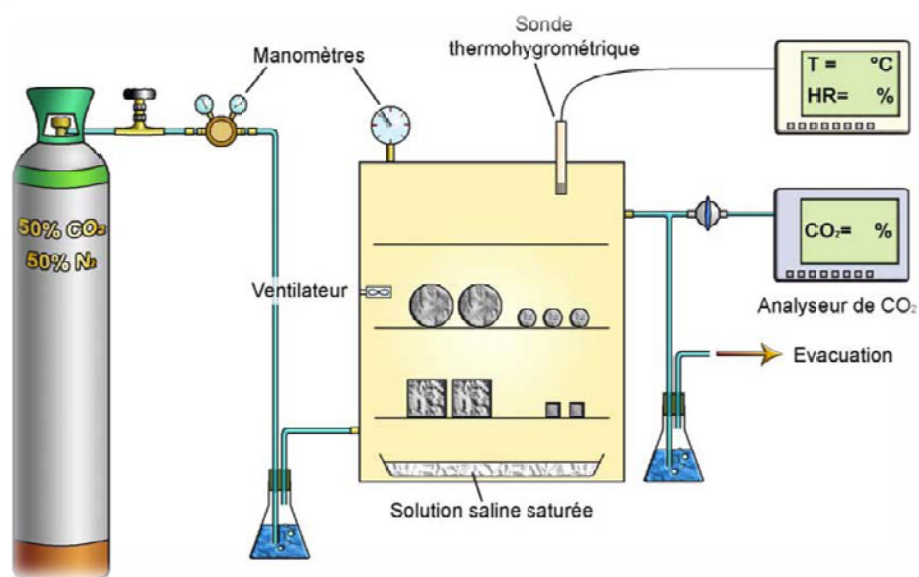


Figure 1. 34 Schéma d'une station de carbonatation accélérée [Olivier et col. 2007].

## 1.6.2. Mesure de la profondeur de carbonatation

La limite entre la zone où le pH est suffisamment élevé pour que les armatures soient passivées, et la zone où la carbonatation a fait chuter le pH à des valeurs où la corrosion de l'acier devient possible, représente la profondeur de carbonatation. Sa mise en évidence se fait par la phénolphthaléine. Cet indicateur de virage est aussi préconisé par le mode opératoire de la norme NF P18-458. Il colore le béton non carbonaté en rose tandis que le béton carbonaté ne change pas de couleur (figure 1.35).



Figure 1. 35 Section d'éprouvette 7x7x28 cm3

Certains auteurs comme (Rafai, 2000, Chang et col, 2004) ont affirmé que l'utilisation de cet indicateur (dont le pH de virage est situé autour de 9) sous estime l'épaisseur de la zone carbonatée et qu'à cette valeur l'acier pourrait ne plus être passivé par la couche d'oxydes ou d'hydroxydes de fer stable.

Il existe d'autres techniques de mesure de la profondeur de carbonatation et confrontées à l'utilisation de phénolphthaléine, plus précises, mais plus lourdes à mettre en œuvre. A l'exemple de la microscopie optique sur lames minces, de la méthode isotopique ou encore de la microscopie électronique à balayage (MEB). L'analyse thermogravimétrique (ATG), le dosage volumétrique du  $\text{CO}_2$  et le dosage isotopique sont des essais considérés plus précis.

Un autre problème est posé encore, selon certains auteurs comme (Parrott et Killoh, 1989), (Rahman et Glasser, 1989), (Houst et Wittmann, 2002), ce front de carbonatation n'est pas raide, et que du  $\text{CO}_2$  pénètre au-delà de la profondeur de carbonatation détectée par projection de la phénolphthaléine. Faisant suite à ce constat, Mickael Thierry (2005) a basé son travail sur les profils de carbonatation, moyen de mesure plus rigoureux de l'épaisseur de béton carbonaté, qui passe par un tracé fonction du pH et des teneurs en portlandite et en calcite (figure 1.36).

Du reste le test à la phénolphthaléine se révèle rapide, pratique et très économique, par rapport aux autres méthodes citées. Il est cependant possible d'avoir aussi recours à d'autres indicateurs pH-métriques, dont la zone de virage est différente, comme la thymolphthaléine dont la zone de virage est autour de 10 (Olivier et col, 2007).

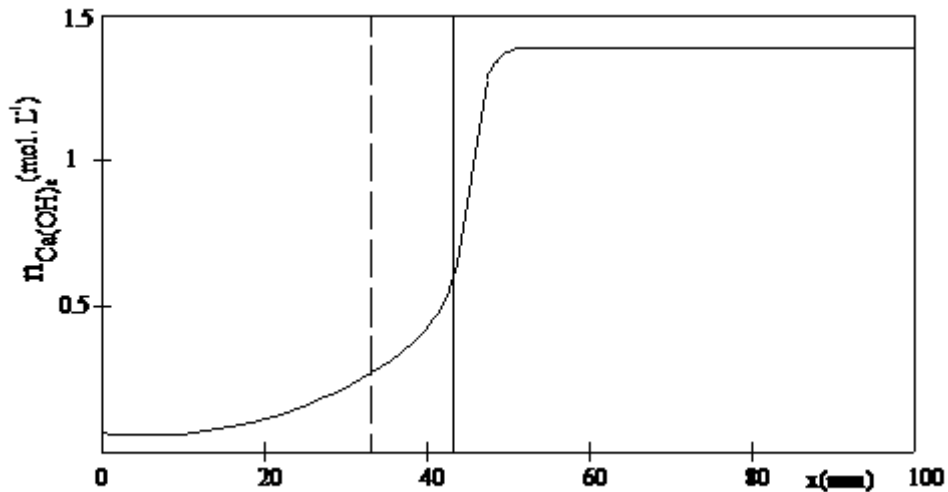


Figure 1. 36 Forme d'un front de carbonatation [Thiery, 2005]

## 1.7. AVANCEE DE LA NORMALISATION ET MODELISATION (Démarches performantielle et prédictive)

Nous savons de ce qui précède que les paramètres régissant le mécanisme de la carbonatation sont d'ordre **physique**, par l'accessibilité du dioxyde de carbone et **chimique**, par la quantité de matière qui se carbonate. A cet effet, des indicateurs physico-chimiques ont été proposés, pertinents et robustes servant à mettre en évidence la sensibilité d'un matériau vis-à-vis de la dégradation. Ainsi, la durabilité d'un béton de structure envers les agressions chimiques extérieures ne sera assurée que par des exigences en termes de moyens de formulation, recommandé par les normes actuelles telle que la norme EN 206-1, portant sur un rapport eau-ciment maximum, et un dosage en ciment minimum à utiliser selon l'environnement extérieur.

Ceci est considéré comme un progrès par rapport au temps où seule la résistance mécanique était considérée. Cependant, ces critères s'avèrent insuffisants pour traduire la durabilité des bétons actuels. De plus, ces paramètres de formulation ne sont pas adaptés pour quantifier le phénomène de carbonatation et pour servir de données d'entrée dans des modèles physico-chimiques de prédiction de la durée de vie. Ce faisant, on s'oriente de plus en plus vers l'utilisation d'indicateurs de durabilité physiques et chimiques (Baroghel-Bouny, 2004) qui expriment directement les performances du matériau en termes de durabilité. Nous donnons ici un aperçu sur les indicateurs physico-chimiques performantiels qui conditionnent la vitesse de carbonatation.

### 1.7.1. Indicateurs physico-chimiques performantiels de durabilité

#### 1.7.1.1. Indicateurs physiques

La **porosité** ouverte  $\phi$  d'un béton est un facteur important pour traduire la résistance d'un matériau cimentaire à la diffusion du dioxyde de carbone. Il existe plusieurs types de porosité qui diffèrent suivant le protocole expérimental adopté. La porosité accessible à l'eau  $\phi_E$  est déterminée par pesée hydrostatique suivant le mode opératoire préconisé dans [A.F.P.C.-A.F.R.E.M., 1997a], c'est la technique la plus simple et la plus pratique, elle permet d'estimer



la quasi-totalité du volume poreux du matériau. La porosité accessible au mercure  $\phi_{Hg}$  peut aussi être utilisée, en gardant à l'esprit qu'elle sous-estime la porosité réelle, car elle ne donne accès qu'à une gamme réduite du spectre poral.

Le **taux (ou degré) de saturation des pores**  $S$  est la fraction du volume des vides connectés rempli par de l'eau liquide. La fraction gazeuse disponible pour le transfert du  $CO_2$  est en effet  $\phi(1 - S)$ . Ainsi, si le matériau est saturé d'eau ( $S = 1$ ), la diffusion du  $CO_2$  n'est possible qu'à travers la solution interstitielle, ce qui freine considérablement la progression de la carbonatation. Dans le cas contraire, si le taux de saturation est trop faible ( $S \rightarrow 0$ ), la dissolution du  $CO_2$  est fortement limitée et la cinétique de carbonatation des hydrates est alors très lente.

Le taux de saturation est lié à l'humidité relative HR régnant dans les pores. A température fixée  $T$ , le nombre de couches de molécule d'eau adsorbées sur la surface des pores est une fonction croissante de la pression partielle de l'eau dans la phase gazeuse, donc de l'hygrométrie. Au-delà d'une certaine humidité, l'accroissement de l'épaisseur de la couche adsorbée conduit à la condensation capillaire de l'eau dans les pores. A l'équilibre et à une température donnée, les isothermes de sorption-désorption décrivent ce phénomène (Baroghel-Bouny, 1994) en reliant le taux de saturation  $S$  à l'humidité relative HR qui est imposée. L'humidité relative peut être transformée suivant l'équation de Kelvin en pression capillaire  $p_c = p_g - p_l$  qui est égale à la différence de pression entre celle de la phase gazeuse et celle de la phase liquide :

$$p_c = - \frac{\rho_E RT \ln HR}{M_{H_2O}} \quad (1.22)$$

Avec  $M_{H_2O}$  étant la masse molaire de l'eau,  $R$  est la constante des gaz parfaits,  $T$  la température absolue et  $\rho_E$  la masse volumique de l'eau.  $HR$  est l'humidité relative régnant dans les pores.

Les **propriétés de transfert** du béton (perméabilité et coefficient de diffusion) jouent un rôle clé dans l'évaluation et la prévision de la durabilité des structures armées.

Pour ce qui concerne la carbonatation, c'est le transport du  $CO_2$  par diffusion à travers la phase gazeuse du béton qui est important. Il est caractérisé par un **coefficient de diffusion** effectif  $D_{CO_2}$ . A partir de mesures du coefficient de diffusion à l'azote sur des mortiers mis à l'équilibre à différentes hygrométries, Papadakis et col. [Papadakis et col., 1991b] relient empiriquement le coefficient  $D_{CO_2}$  à la porosité  $\phi_p$  de la phase « pâte de ciment hydraté » du mortier et à l'humidité relative imposée :

$$D_{CO_2} = 1,64 \cdot 10^{-6} \phi_p^{1,8} (1 - HR)^{2,2} \quad (1.23)$$

$D_{CO_2}$  s'exprime en  $m^2 \cdot s^{-1}$

Cette relation peut être exprimée en fonction de la porosité  $P$  totale du matériau et du taux de saturation  $S$  (Thiery, 2006). L'expression la plus commune pour décrire les effets de résistance d'un milieu poreux à la diffusion est la suivante :

$$D_{CO_2} = D_{CO_2}^0 P (1 - S) \tau_g \quad (1.24)$$

Le coefficient de diffusion au sein du milieu poreux est considéré comme proportionnel au coefficient de diffusion  $D_{CO_2}^0$  donné à l'échelle microscopique, c'est-à-dire hors milieu poreux ( $1,6 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  à  $20^\circ \text{ C}$ ). Le facteur de proportionnalité s'exprime à partir de la réduction d'espace offerte au gaz pour diffuser  $\phi$  ( $1 - S$ ). Ce facteur est en général multiplié par la tortuosité de la phase gazeuse  $\tau_g$  traduisant l'allongement du chemin à parcourir par le gaz pour traverser le milieu poreux. Cette tortuosité est calée en fonction de  $P$  et de  $S$  à partir des résultats de Papadakis et col. (Papadakis *et col.*, 1991b) qui fournissent suffisamment de renseignements pour réaliser le passage de  $\phi_p$  à  $P$  à partir des formulations des matériaux et celui de  $HR$  à  $S$  grâce aux courbes de sorption des mortiers étudiés :  $\tau_g = P^a(1 - S)^b$  avec :  $a = 1,74$  et  $b = 3,20$ . Au final, l'expression de  $D_{CO_2}$  est la suivante :

$$D_{CO_2} = D_{CO_2}^0 P^{2,74} (1 - S)^{4,20} \quad (1.25)$$

La figure 1.37 fournit la comparaison entre les valeurs expérimentales de  $D_{CO_2}$  extraites des travaux de Papadakis et col. (1991b) et celles calculées avec l'équation (1.25).

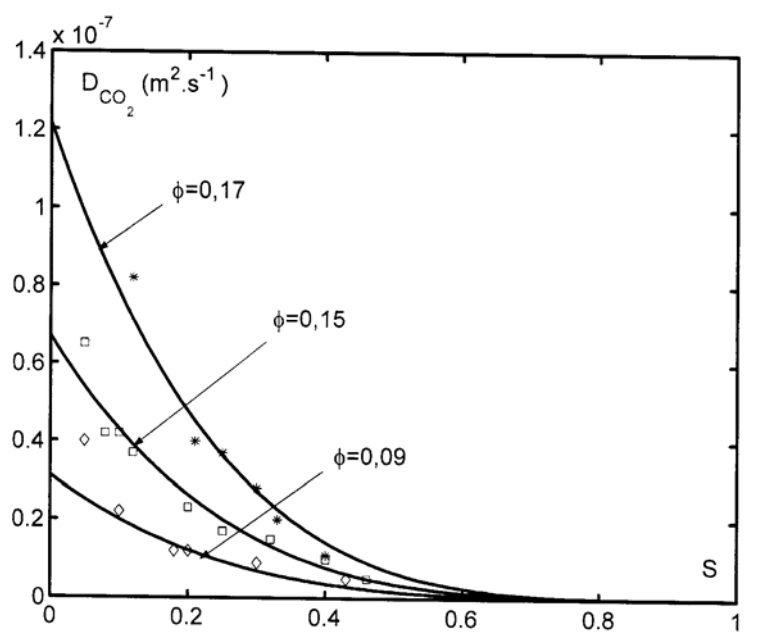


Figure 1. 37 Calage de la loi d'évolution du coefficient de diffusion au  $CO_2$  en fonction de la porosité  $\phi$  et du taux de saturation  $S$  [mesures sur mortiers tirées de Papadakis et col, 1991b]

**La perméabilité** quantifie l'aptitude d'un matériau à se laisser traverser par un fluide sous un gradient de pression totale. On définit en mécanique une perméabilité intrinsèque mesurée en  $\text{m}^2$ , théoriquement indépendante de la nature du fluide. Cependant, Mainguy et col. (Mainguy et col, 1999) rappellent qu'il existe dans le cas des matériaux cimentaires une différence de valeur non négligeable (au moins deux ordres de grandeur) entre la perméabilité intrinsèque mesurée avec un gaz et celle avec de l'eau liquide. Cet écart est généralement imputé à une forte interaction physique entre les molécules d'eau et la matrice cimentaires à proximité des parois internes délimitant l'espace poreux du matériau. L'écoulement de l'eau liquide dans les matériaux cimentaires n'est alors décrit par la loi de Darcy que sous réserve de l'introduction d'une perméabilité intrinsèque spécifique à l'eau.

Mainguy et col, (Mainguy et col, 1999) indiquent que, pour les milieux peu perméables comme les bétons, le transfert darcéen de l'eau liquide joue un rôle prépondérant dans le

séchage : la perméabilité intrinsèque à l'eau liquide est donc un paramètre fondamental pour décrire l'état hydrique des matériaux cimentaires. Etant donné que cet état hydrique conditionne fortement la pénétration du CO<sub>2</sub>, la **perméabilité intrinsèque à l'eau liquide** apparaît comme un indicateur de la durabilité des bétons vis-à-vis de la carbonatation.

Dans le cas des bétons ordinaires, la perméabilité à l'eau liquide peut être déterminée expérimentalement à partir d'un essai de perméabilité à l'eau sous pression (Baroghel-Bouny, 2004). Néanmoins, il n'existe pas encore de véritables recommandations consensuelles de la communauté scientifique sur le mode opératoire à utiliser. De plus, pour les bétons faiblement perméables (bétons ordinaires de bonne qualité et bétons de hautes à très hautes performances) la mesure directe de la perméabilité à l'eau liquide est délicate, voire impossible. Il faut alors envisager d'avoir recours à des méthodes indirectes combinant modèles et expériences.

### **1.7.1.2. Indicateurs chimiques**

La **teneur initiale en portlandite** d'un béton est un indicateur chimique de durabilité important. C'est d'ailleurs une donnée d'entrée cruciale de la plupart des modèles de carbonatation.

La teneur en portlandite est mesurable par analyse chimique à partir d'une extraction à l'eau sucrée, puis d'un dosage au calcium. Cette méthode n'est applicable que si la quantité d'anhydres résiduels est faible. L'analyse thermique différentielle (A.T.D.) permet également d'évaluer la teneur en Ca(OH)<sub>2</sub> en déterminant la surface du pic énergétique endothermique associé à la déshydratation de Ca(OH)<sub>2</sub> lors d'une élévation de température [Ramachandran, 1979]. La diffraction des rayons X et l'analyse thermogravimétrique peuvent être aussi utilisées pour quantifier la portlandite [Midgley, 1979].

Il existe par ailleurs des modèles qui, à partir d'une description de l'hydratation, permettent de calculer l'évolution au cours du temps de la teneur en portlandite. Nous citons notamment les approches de Papadakis et col. (Papadakis et col., 1991b) et de Mounanga et col. [Mounanga et col., 2004]. Les paramètres d'entrée sont la formulation du matériau et la composition chimique du ciment utilisé.

### **1.7.2. Conditions d'exposition selon la norme européenne EN 206-1**

Les conditions d'exposition (type de dégradation et intensité) sont reliées à des spécifications sur la composition du béton pour une durabilité visée – de 50 ans au moins, selon la norme EN 206-1. Les classes d'expositions sont définies selon les conditions d'humidité de l'environnement (Tableau 1.3). Cela dépend de l'influence observée du taux de saturation du béton sur la pénétration du CO<sub>2</sub>.

Pour chacune de ces classes sont définies des valeurs limites : rapports eau/ciment maximaux, teneurs minimales en ciment et classes de résistances minimales (Tableau 1.4). Vis-à-vis du mécanisme de carbonatation, ces spécifications correspondent à des critères de compacité et de teneur en matériau qui se carbonate (chaux CaO) minimales, le ciment de référence étant un ciment Portland CEM I (composé à plus de 95 % de clinker).

Désignation de la classe	Description de l'environnement	Exemples Informatifs Illustrant le choix des classes d'exposition
XC1	Sec ou humide en permanence	Béton à l'intérieur de bâtiments où le taux d'humidité de l'air ambiant est faible. Béton submergé en permanence dans de l'eau
XC2	Humide, rarement sec	Surfaces de béton soumises au contact à long terme de l'eau. Un grand nombre de fondations
XC3	Humidité modérée	Béton à l'intérieur de bâtiments où le taux d'humidité de l'air ambiant est moyen ou élevé. Béton extérieur abrité de la pluie.
XC4	Alternance d'humidité et de séchage	Surfaces soumises au contact de l'eau, mais n'entrant pas dans la classe d'exposition XC2.

## 2. Corrosion induite par carbonatation

Lorsque le béton contenant des armatures ou des pièces métalliques noyées est exposé à l'air et à l'humidité, les différentes classes d'exposition sont classifiées ci après :

NOTE On entend par condition d'humidité celle du béton recouvrant les armatures ou les pièces métalliques noyées, mais, dans de nombreux cas, cette humidité peut être considérée comme le reflet de l'humidité ambiante. Dans ces cas-là, une classification fondée sur les différents milieux ambiants peut être appropriée ; il peut ne pas en être de même s'il existe un barrière entre le béton et son environnement.

Tableau 1. 3 Extrait du Tableau 1 de la norme européenne EN 206-1.

	Aucun risque de corrosion ou d'attaque	Carbonatation			
	X0	XC 1	XC 2	XC 3	XC 4
Rapport eau/ciment maximal	—	0,65	0,60	0,55	0,50
Classe de résistance minimale	C12/15	C20/25	C25/30	C30/37	C30/37
Teneur minimale en ciment (kg/m <sup>3</sup> )	—	260	280	280	300

Les valeurs du Tableau F.1 sont fondées sur l'hypothèse d'une durée de vie de la structure prévue de 50 ans.

Les valeurs du Tableau F.1 correspondent à du ciment de type CEM I conforme à l'EN 197-1, et à des granulats dont la dimension maximale nominale maximale est comprise entre 20 mm et 32 mm.

Les classes de résistance minimales ont été déterminées à partir de la relation existant entre le rapport eau/ciment et la classe de résistance du béton fabriqué à partir de ciment appartenant à la classe de résistance 32,5.

Tableau 1. 4 Extrait du tableau F.1 et de l'annexe F de la norme EN 206-1.

### 1.7.3. Principe de l'approche performantielle.

L'application de l'approche performantielle à la durabilité des bétons passe par une définition précise des conditions d'exposition et des mécanismes de dégradation. Le contexte normatif sur la composition des bétons a pendant longtemps fondé la garantie de la durabilité sur une obligation de moyens : c'est l'approche prescriptive où le degré de confiance sur les propriétés de ciment l'emportait sur celui des autres composants du béton. Elle impose, pour chaque classe d'exposition, des valeurs limites d'un rapport E/C maximal, d'une quantité de ciment C minimale, d'une résistance minimale et de quantité d'additions prises en compte maximale. Des compositions de bétons résultant de cette approche pouvaient ne pas être en adéquation avec les objectifs de la durabilité.

Il y a eu aussi l'approche performantielle prédictive fondée sur les indicateurs de durabilité. Une telle approche a été développée dans le cadre d'un groupe de travail de l'AFGC. Celle-ci est basée sur des propriétés fondamentales du matériau, sur des indicateurs de durabilité et sur la spécification de critères performantiels adéquats relativement à ces indicateurs. Cette approche fait aussi intervenir des modèles prédictifs. L'objectif est de réaliser des bétons capables de protéger des structures en béton armé contre une dégradation donnée, pour une durée de vie fixée et dans des conditions d'exposition données.

Les indicateurs les plus pertinents vis-à-vis de la dégradation sont ceux cités précédemment, à savoir : la porosité à l'eau, le coefficient de diffusion des chlorures, la perméabilité aux gaz et à l'eau liquide et la teneur en portlandite. Ce panel d'indicateurs de durabilité appelés généraux peut être complété par des indicateurs plus spécifiques à chaque processus de dégradation. Aussi un système de classe du niveau « très faible » au niveau « très élevé » (Tableau 1.5 et 1.6) a été proposé pour une évaluation qualitative et quantitative. (Baroghel-Bouny et col. 2004).

Avec l'entrée en vigueur, depuis janvier 2005, de la norme EN 206-1, des progrès ont été intégrés en France à travers l'approche performantielle de la formulation des bétons, fondée sur une obligation de résultats : c'est le concept de performance équivalente du béton. Selon ce principe, il doit être prouvé que le béton a une équivalence de performance avec celle d'un béton de référence, en particulier pour ce qui est de son comportement vis-à-vis des agressions de l'environnement et sa durabilité, conformément aux exigences pour la classe d'exposition concernée (tableau 1.7).

Pour appliquer ce principe, il convient donc de justifier d'une part de méthodes basées sur des essais approuvés et vérifiés représentatifs des conditions réelles, et contenant des critères de performance approuvés (Annexe J de la norme EN 206-1) pour les essais performantiels, et d'autre part de choix pertinents pour les bétons de référence.

Indicateurs de durabilité sélectionnés et valeurs limites proposées (\*) sur la base des tableaux 9 et 10 en fonction du type d'environnement (cf. tableau 11) et de la durée de vie exigée, dans le cas où l'enrobage satisfait aux valeurs réglementaires (26), (27).  $P_{eau}$  est donnée en %,  $D_{app(mig)}$  est donné en  $10^{-12} m^2.s^{-1}$ ,  $K_{gaz}$  (à  $S=0$  et à  $P_{entrée}=0,2$  MPa) est donnée en  $10^{-18} m^2$  et  $K_{liq}$  est donnée en  $10^{-18} m^2$ . Les valeurs correspondent à des mesures réalisées selon les méthodes décrites dans ce guide sur des éprouvettes conservées dans l'eau pendant 3 mois après le coulage (moyennes sur au moins 3 éprouvettes).

	Type d'environnement	Durée de vie exigée / Catégorie d'ouvrage  Niveau d'exigence	<30 ans	De 30 à 50 ans	De 50 à 100 ans	De 100 à 120 ans	> 120 ans
			Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4	Niveau 5
Corrosion induite par carbonatation ( $e = 30$ mm)	1	Sec et très sec (HR<65%) ou humide en permanence	• $P_{eau} < 16$	• $P_{eau} < 16$	• $P_{eau} < 14$ (6)	• $P_{eau} < 12$ • $K_{gaz} < 100$	• $P_{eau} < 9$ • $K_{gaz} < 10$
	2	Humide (HR>80%)	• $P_{eau} < 16$	• $P_{eau} < 16$	• $P_{eau} < 14$ (6)	• $P_{eau} < 12$ • $K_{gaz} < 100$	• $P_{eau} < 9$ • $K_{liq} < 0,01$
	3	Modérément humide (65<HR<80%)	• $P_{eau} < 15$	• $P_{eau} < 14$ (5)	• $P_{eau} < 12$ (7) • $K_{gaz} < 100$ (8)	• $P_{eau} < 9$ • $K_{gaz} < 10$ (4)	• $P_{eau} < 9$ • $K_{gaz} < 10$ • $K_{liq} < 0,01$
	4	Cycles fréquents d'humidification séchage	• $P_{eau} < 16$	• $P_{eau} < 14$ (6)	• $P_{eau} < 12$ (7) • $K_{liq} < 0,1$ (9)	• $P_{eau} < 9$ • $K_{gaz} < 10$ • $K_{liq} < 0,01$	• $P_{eau} < 9$ • $D_{app(mig)} < 1$ • $K_{gaz} < 10$ • $K_{liq} < 0,01$

Tableau 1. 5 Valeurs limites proposées pour les indicateurs de durabilité [Baroghel-Bouny et col, 2004]

(4) : alternative :  $k_{liq} < 0,01 \cdot 10^{-18} m$   
(5) : alternative :  $P < 15 \%$  et  $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$   
(6) : alternative :  $P < 16 \%$  et  $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$   
(7) : alternative :  $P < 14 \%$  et  $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$   
(8) : alternative :  $K_{gaz} < 300 \cdot 10^{-18} m^2$  et  $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$   
(9) : alternatives : 1)  $K_{gaz} < 100 \cdot 10^{-18} m^2$   
2)  $K_{gaz} < 300 \cdot 10^{-18} m^2$  et  $[Ca(OH)_2] \geq 25 \%$

	Durabilité potentielle faible
	Durabilité potentielle moyenne
	Durabilité potentielle élevée
	Durabilité potentielle très élevée

Tableau 1. 6 Notes associées au tableau précédent [Baroghel-Bouny et col. AFGC, 2004]

Tableau NA.F.1 — Valeurs limites applicables en France pour la composition et les propriétés du béton en fonction de la classe d'exposition																			
	Classes d'exposition																		
	Aucun risque de corrosion ou d'attaque		Corrosion induite par carbonatation				Corrosion induite par les chlorures						Attaque gel / dégel				Environnements chimiquement agressifs		
							Eau de mer			Chlorures autres que l'eau de mer									
	X0	XC1	XC2	XC3	XC4	XS1	XS2	XS3	XD1	XD2	XD3 <sup>a) m)</sup>	XF1 <sup>b)</sup>	XF2 <sup>b)</sup>	XF3 <sup>b) c)</sup>	XF4 <sup>b) c)</sup>	XA1	XA2	XA3	
Rapport $E_{cm}/liant$ éq maximal <sup>d)</sup>	—	0,65					0,55	0,50			0,55	0,50	0,60	0,55	0,45	0,55	0,50	0,45	
Classe de résistance minimale	—	C20/25				C30/37	C35/45				C30/37	C35/45	C25/30	C25/30	C30/37	C30/37	C30/37	C35/45	C40/50
Teneur mini en liant éq (kg/m <sup>3</sup> ) <sup>d) e)</sup>	150	260 <sup>h)</sup>				330	350				330	350	280 <sup>h)</sup>	300	315	340	330	350	385
Teneur minimale en air (%)	—	—				—	—				—	—	4 <sup>l)</sup>	4 <sup>l)</sup>	4 <sup>l)</sup>	—	—	—	—
Rapport maximal A/(A+C)	0,30	0,30				0,15	0,15				0,15	0,15	0,30	0,30	0,30	0,15 <sup>l)</sup>	0,30 <sup>k)</sup>	0,30 <sup>k)</sup>	0,00
Fumées de silice	0,10	0,10				0,10	0,10				0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Laitier moulu	0,30	0,30				0,15	0,15				0,15	0,15	0,30	0,30	0,30	0,15	0,30 <sup>k)</sup>	0,30 <sup>k)</sup>	0,00
Addition calcaire	0,25	0,25				0,05	0,05				0,05	0,05	0,25	0,25	0,25	0,05	0,00	0,00	0,00
Addition siliceuse	0,20	0,20				0,15	0,15				0,15	0,15	0,20	0,20	0,20	0,05	0,00	0,00	0,00
Nature du ciment	—	—				PM <sup>l)</sup>	PM <sup>l)</sup>				—	—	—	—	—	m)	n)	n)	n)

a) Pour les parcs de stationnement de véhicules, sauf spécification contraire, ne sont concernées que les parties supérieures des dalles et rampes exposées directement aux sels et ne comportant pas de revêtement pouvant assurer la protection du béton.  
b) En France, les classes d'exposition XF1, XF2, XF3 et XF4 sont indiquées dans la carte donnant les zones de gel. Pour les classes XF3 et XF4, les granulats doivent être non gélifs au sens de NF EN 12620.  
c) Pour les classes XF3 et XF4, l'attention du prescripteur du béton est attirée sur le fait que dans le cas d'ouvrages importants, sensibles ou particulièrement exposés, il est souhaitable d'avoir recours à des essais complémentaires pour l'environnement XF3 : XP P 18-424 ou XP P 18-425, ASTM C457-98... et de plus, pour l'environnement XF4, XP P 18-420) afin de s'assurer de l'adéquation du béton aux performances attendues.  
d) Exigence applicable à la charge totale que définit en 3.1.20.  
e) Ces valeurs sont données pour  $D_{max} = 20$  mm. La quantité de liant équivalent à ajouter (+) ou à déduire (-) en pourcentage de la valeur indiquée, en fonction de la dimension nominale supérieure du plus gros granulat, exprimée en millimètre est  $D \leq 12,5$  : + 10 % ;  $D = 14$  : + 7,5 % ;  $D = 16$  : + 5 % ;  $D = 22,4$  : - 2,5 % ;  $D = 25$  : - 5 % ;  $D \geq 31,5$  : - 10 %.  
f) En France, les bétons soumis à des environnements correspondant aux classes d'exposition XC2, XC3, XC4, XS1 et XD1 sont assimilés à des bétons correspondant aux classes d'expositions suivantes : XC2 = XC1, XC3 = XF1, XC4 = XF1, XS1 = XS2 et XD1 = XF1.  
g) Ces valeurs pour XC4 sont valables pour un enrobage de 30 mm en attendant les prescriptions de l'Eurocode 2. Dans le cas d'enrobage intérieur, le prescripteur devra préciser la valeur du ratio eau efficace / liant équivalent à retenir.  
h) Pour le béton précontraint, la valeur est portée à 300 kg/m<sup>3</sup>.  
i) Le respect de cette valeur nécessite l'utilisation d'un agent entraîneur d'air. Il est possible de déroger à la teneur minimale en air pour les bétons à haute performance en appliquant les Recommandations pour la durabilité des bétons durcis soumis au gel.  
j) Pour l'environnement XF4, l'utilisation de cendres volantes peut induire des difficultés à entraîner de l'air dans le béton. Il est recommandé de n'utiliser dans ce cas que des cendres de catégorie A selon NF EN 450-1 et de renforcer le contrôle de la quantité d'air entrainée.  
k) Cette valeur limite est fixée à 0,15 lorsque la classe d'agressivité résulte de la présence de sulfates (voir Tableau 2).  
l) La composition de l'addition (teneur en sulfates, en sulfates, etc) doit être telle que le liant respecte les exigences de NF P 15-317.  
m) Pour les bétons soumis à l'eau de mer, utiliser un ciment PM. En cas d'utilisation de sels de déverglage dont la teneur en sulfate soluble est supérieure ou égale à 3 %, utiliser un ciment PM ou un ciment ES.  
n) Pour le choix du ciment et des additions, se référer à P 18-011. Lorsque la classe d'agressivité résulte de la présence de sulfates, pour la classe XA1, utiliser un ciment PM et la composition du liant doit être telle qu'il respecte les exigences de NF P 15-317 et pour les classes XA2 et XA3, utiliser un ciment ES et la composition du liant doit être telle qu'il respecte les exigences de XP P 15-319.

NOTE Pour le choix de la classe d'exposition, voir 4.1 et NA.4.1.

Tableau 1. 7 Exigences relatives à la composition et aux propriétés en fonction de la classe d'exposition.

## 1.8. CONCLUSIONS

Dans cette première partie, nous avons élaboré un état des lieux sur la carbonatation des bétons. Des détails relatifs au mécanisme de carbonatation ont été précisés, les dégâts qu'elle peut engendrer, ainsi que les paramètres ayant une influence.

Toutes les recherches ont montré que, la carbonatation entraîne des modifications notables dans la structure du matériau béton seul : elle n'altère pas systématiquement ses propriétés mécaniques et de transfert. Il semble même qu'elle conduise à une augmentation de la résistance en compression et du module. Cependant, la carbonatation est un problème pour le béton armé. En effet, le béton d'enrobage, ou le mortier autour d'une armature, offre aux aciers une double protection contre la corrosion. En premier lieu, il agit comme une barrière physique qui limite la pénétration d'agents agressifs et l'accès de l'oxygène jusqu'à l'armature. Ensuite, grâce à la composition de la solution interstitielle et à son pH élevé, le béton offre une protection chimique contre la corrosion.

La cinétique de carbonatation est caractérisée par l'épaisseur carbonatée du béton en fonction du temps. Les différentes formules établies à partir des phénomènes de diffusion donnent l'épaisseur carbonatée en fonction de la racine carrée du temps, temps qui peut être étalé sur plusieurs dizaines d'années.

Eu égard aux résultats expérimentaux tirés de la littérature scientifique, les réactions chimiques liées à l'accessibilité des sites réactionnels semblent jouer un rôle crucial dans le processus de carbonatation : elles expliquent l'évolution de la composition chimique du matériau, le gain d'eau liquide suite à la carbonatation, l'effet « colmatage » des pores...

Des indicateurs de durabilité vis-à-vis de la carbonatation ont été présentés. D'une manière générale, il apparaît que les facteurs relatifs au matériau prépondérants sont l'accessibilité et la quantité de matière carbonatable. L'accessibilité dépend prioritairement de la porosité, de l'état hydrique et de la perméabilité à l'eau liquide du matériau. La matière carbonatable est essentiellement composée de portlandite et de *C-S-H*. Ces indicateurs de durabilité, physiques ou chimiques sont très importants dans le cas d'une modélisation du phénomène, ils servent de données d'entrée de modèles de carbonatation.

La carbonatation progressant de manière lente et graduelle, il est donc nécessaire d'utiliser un essai accéléré au laboratoire, recommandé par la norme NF P18-458, qui permet de caractériser le comportement de bétons et de mortiers, moulés, carottés ou découpés vis-à-vis de la carbonatation accélérée.

L'accélération de la carbonatation d'échantillons de béton provient du taux de CO<sub>2</sub> et du taux d'humidité relative du mélange gazeux, et où les biais peuvent provenir du pré-conditionnement préalable à l'essai. La mesure de la profondeur de carbonatation est déterminée par projection de phénolphthaléine, elle permet des comparaisons fiables et faciles entre les bétons.

La partie expérimentale qui suit se propose de présenter et de développer les techniques et méthodes utilisées pour la mise en évidence du phénomène. Nous avons voulu donner un double impact à notre travail. Aller dans le sens des éco-bétons et en formuler un avec des ajouts en filler calcaire en substitution de quantité de ciment, ensuite traiter le mécanisme de la carbonatation, par l'approche performantielle.

Notre programme expérimental prévoit donc de mesurer un des indicateurs de durabilité, ainsi qu'un essai de carbonatation accéléré, complété par des mesures en carbonatation naturelle, pour évaluer leur pertinence du point de vue du mécanisme de dégradation et d'une utilisation dans la méthodologie d'application du concept de performance équivalente.



## **CHAPITRE 2.**

**Présentation de la campagne expérimentale :  
matériaux, techniques et méthodes.**

## 2.1. INTRODUCTION

L'état des lieux mené au chapitre 1 a permis de faire le point sur les connaissances actuelles au sujet de la carbonatation des bétons. Il apparaît que l'essai performantiel accéléré s'avère indispensable pour suivre la progression de la carbonatation sur des corps d'épreuve à court terme et d'y apprécier la dégradation.

Pour répondre à ces attentes, une campagne expérimentale de carbonatation accélérée sur des bétons à base de ciment CEM II/A a été conduite, ainsi qu'une exposition naturelle d'échantillons. Dans ce chapitre, nous présentons le programme expérimental réalisé. Les matériaux de l'étude et le protocole de carbonatation accélérée sont d'abord présentés. Ensuite, nous traitons des techniques expérimentales utilisées à l'aide de l'approche performantielle selon le concept de l'équivalence de performance du béton.

## 2.2. MATERIAUX ET FORMULATION

### 2.2.1. Matériaux

#### 2.2.1.1. Le ciment

##### a) Propriétés physiques et chimiques

Nous avons utilisé dans cette étude un ciment de type CEM II/A 32.5 qui répond à la norme Algérienne NA 44, de la Société des Ciments de Hassi Zahana faisant partie de la wilaya de Sidi Bel Abbes. Les détails de ces compositions, physique et chimique sont présentés dans le tableau 2.1. Les analyses ont été réalisées au laboratoire de l'usine de fabrication du ciment.

<b>Propriétés physiques:</b>	
Masse volumique apparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1.09
Masse volumique absolue ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	3.00
Surface spécifique de Blaine ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	3100
<b>Propriétés chimiques:</b>	
SiO <sub>2</sub>	21.93
CaO	63.87
MgO	0.21
F <sub>e</sub> 2O <sub>3</sub>	4.26
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6.81
SO <sub>3</sub>	1.31
Perte au feu	1.83
CaO libre	0.13

Tableau 2. 1 Composition chimique du ciment (%)

## b) Composition minéralogique de Bogue :

Le calcul de la composition minéralogique du ciment est basé principalement sur les équations de Bogue donnant le pourcentage des principaux composés du ciment et dont les proportions sont résumées dans le tableau 2.2.

$C_2S$	$C_3S$	$C_3A$	$C_4AF$
31.70	41.43	10.85	12.95

Tableau 2. 2 Composition anhydre du ciment (%)

### 2.2.1.2 Agrégats (sable et graviers)

Les granulats utilisés proviennent de la carrière de Djebel Abiod de la région de Tlemcen, qui appartient à l'Entreprise Nationale des Granulats (ENG). Ces granulats calcaires concassés sont commercialisés en tant que classes granulaires : sable 0/3 et gravillons de classes 3/8, 8/16, 16/25.

Les caractéristiques géométriques, physiques et mécaniques sont consignées dans le tableau 2.3.

Caractéristiques des granulats	Classes granulaires			
	0/3	3/8	8/16	16/25
Masse volumique apparente ( $kg/m^3$ )	1426	1355	1423	1374
Masse volumique absolue ( $kg/m^3$ )	2500	2587	2587	2565
Equivalent de sable (%)	63.2	-	-	-
Foisonnement de sable (%)				
Coefficient d'absorption (%)	-	1.3	0.7	0.7
Essai de propreté (impuretés) %	-	1.92	1.3	0.73
Coefficient d'aplatissement (%)	-	19	8	8
Module de finesse (%)	2.95	-	-	-
Teneur en fines (%)	17	-	-	-
Essai Los Angeles (%)	-	$\frac{4/6.3}{27}$	$\frac{6.3/10}{31}$	$\frac{10/14}{31}$
Essai Micro Deval (%)	-	$\frac{4/6.3}{15}$	$\frac{6.3/10}{11}$	$\frac{10/14}{8}$

Tableau 2. 3 Identification des propriétés des granulats de Djebel Abiod (ENG) [Boukli et Ghomari, 2007].

Pour notre étude, ces granulats ont été utilisés en tant que tel, nous n'avons pratiqué aucun traitement (lavage) pour la formulation de nos bétons.

### 2.2.1.3 Les fillers calcaires

Les fillers calcaires proviennent aussi de la carrière de Djebel Abiod et commercialisé par l'ENG. Les fillers sont des matériaux très finement broyé, résultant du concassage des agrégats dont les plus gros grains ne dépassent pas 80  $\mu\text{m}$ , ayant une finesse à peu près identique à celle du ciment Portland. Il a pour rôle de remplir les vides entre les sables et les graviers. Sa composition chimique est reportée sur le Tableau 2.4, son titre (teneur en  $\text{CaCO}_3$ ) est de 95,30%.

<b>Propriétés physiques:</b>	
Poids spécifique moyen ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	2.64
Surface massique $\text{cm}^2 / \text{g}$	2900
<b>Propriétés chimiques:</b>	
$\text{SiO}_2$	5.18
$\text{CaO}$	33.95
$\text{MgO}$	19.32
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.51
Anhydrite carbonates	41.93
Eau de combinaison	0.52
Perte au feu	42.46

Tableau 2. 4 Propriétés chimiques des fillers calcaires étudiés (%)

### Caractérisation du filler calcaire : mesure du poids spécifique

Nous avons procédé à la mesure du poids spécifique du filler calcaire par la méthode du pycnomètre suivant la norme NF P 18-650-7 (NA 2595 pour la norme algérienne). Le liquide utilisé étant le « white spirit » de poids volumique  $\gamma_L = 7,72 \text{ KN}/\text{m}^3$  (estimé à partir de l'essai décrit ci-dessous).

Le principe consiste à déterminer le poids spécifique moyen des grains sur trois essais. Le poids spécifique est, par définition, le poids par unité de volume des grains solides du matériau. Nous avons utilisé pour ce faire, quatre pycnomètres de volumes préalablement étalonnés. La masse est déterminée à partir de pesées sur une balance de précision sensible au centigramme. Un des pycnomètres servira à définir le poids volumique du liquide utilisé. Les trois autres seront pesés d'abord à vide, avec le filler puis avec le filler et la solution.

Les pycnomètres sont placés sous vide pendant 2h30 environ puis sous pression atmosphérique. Après avoir complété les niveaux dans les pycnomètres, et partir de mesures, différentes masses et volumes sont calculés pour enfin déduire le poids spécifique moyen de  $2,64 \text{ t}/\text{m}^3$ .

### 2.2.1.4 Eau de gâchage

Pour la confection des différents bétons, nous avons utilisé l'eau distribuée par le réseau du service public de la Daïra de Chetouane appartenant à la ville de Tlemcen (Algérie). Les résultats de l'analyse chimique de cette eau ont été réalisés au laboratoire de l'Algérienne des eaux et sont présentés dans le tableau 2.5. Ils répondent aux prescriptions de la norme XP P 18-303 et NF EN 1008 (IDC P 18-211), (2003).

Ca	Mg	Na	K	Cl	SO <sub>4</sub>	CO <sub>3</sub>	NO <sub>3</sub>	PH	T (°C)
74.4	49	40	5	95	170	300	42.3	7.5	17.1

Tableau 2. 5 Composition de l'eau de gâchage (mg/l) [Boukli et Ghomari, 2007]

## 2.2.2. Formulation

### 2.2.2.1. Concept du coefficient k

Cette prise en compte est autorisée par la norme européenne EN 206-1 pour certaines additions à caractère pouzzolanique et/ou hydraulique latent (type II) ou certaines additions de (type I) par l'intermédiaire d'un coefficient k qui leur est affecté.

Les exigences normatives qui imposent, en fonction du lieu d'utilisation, un rapport eau/ciment maximum et un dosage en ciment minimum sont dans ce cas remplacées en considérant un rapport «eau efficace / liant équivalent» noté « $E_{\text{eff}} / L_{\text{eq}}$ » maximum et un dosage en liant équivalent minimum. Le liant équivalent ( $L_{\text{eq}}$ ) est alors défini comme la somme d'une quantité de ciment (C) et d'une quantité d'addition (A) pondérée de son coefficient k ( $L_{\text{eq}} = C + k.A$ ). Il est constitué de ciment de type CEMI 42,5 N ou CEM I 42,5 R ou CEM I 52,5 N ou CEM I 52,5 R et d'une des additions normalisées à l'exclusion d'autres ciments ou d'autres additions (Norme NF-EN 206-1, 2004).

L'eau étant l'eau efficace ( $E_{\text{eff}}$ ). L'eau efficace, par définition, est *la différence entre la quantité d'eau totale contenue dans le béton frais et la quantité d'eau absorbable par les granulats*. L'eau absorbable est conventionnelle. Elle se déduit du coefficient d'absorption des granulats qui est mesuré selon la norme NF EN 1097-6 (Norme NF-EN 206-1, 2004).

**NA.5.2.5.2.2 Concept du coefficient  $k$  pour les additions prises en compte**

L'aptitude générale à l'emploi pour des bétons dont le lieu d'utilisation est la France, est établie pour les valeurs suivantes du coefficient  $k$  données dans le Tableau NA.3.

**Tableau NA.3 — Valeurs du coefficient  $k$**

Dénomination de l'addition	Valeur du coefficient $k$	Conditions supplémentaires à remplir
<b>Additions de type II</b>		
Cendres volantes pour béton	0,60	Si $i_{28} \geq 0,83$ et $i_{90} \geq 0,95$
	0,50	Si $i_{28} \geq 0,80$ et $i_{90} \geq 0,90$
	0,40	Si $i_{28} \geq 0,75$ et $i_{90} \geq 0,85$
Fumées de silice	2,00	Si dans les expositions XA $E / C \leq 0,45$ et $C \geq 295 \text{ kg/m}^3$
	1,00	Si dans les expositions différentes de XA $E / C \leq 0,45$ et $C \geq 280 \text{ kg/m}^3$ Dans les autres cas ou sur prescription particulière
Laitiers vitrifiés moulus de haut-fourneau, de classe B	0,90	$h_{3/7} \geq 0,70$ $h_{3/28} \geq 0,85$
Dénomination de l'addition	Valeur du coefficient $k$	Conditions supplémentaires à remplir
<b>Additions de type I</b>		
Additions calcaires	0,25	$i_{28} \geq 0,71$
Additions siliceuses de classe A	0,25	$i_{28} \geq 0,71$
<b>Toutes additions</b>		
Pour les quantités d'additions dépassant les valeurs indiquées au Tableau NA.F.1 ou au Tableau NA.F.2 et pour les autres ciments ou les autres additions que celles mentionnées dans NA.5.2.5.2.1	0,00	
NOTE $i_{28}$ , $i_{90}$ , $h_{3/28}$ et $h_{3/7}$ sont des indices d'activité ou de pouvoir hydraulique déterminés selon les normes d'essais de l'addition considérée.		

Tableau 2. 6 Tableau NA.3 de la norme NF EN 206-1.

### 2.2.2.2. Composition des bétons étudiés

Les bétons sont formulés sur la base des exigences de durabilité de la norme NF EN 206-1 pour les classes environnementales XC3-XC4 (humidité modérée et alternance d'humidité et de séchage (Tableau 1.3). Ces exigences imposent, dans le cas d'un béton armé, une teneur en liant équivalent ( $L_{eq}$ ) supérieure ou égale à 280 kg par  $m^3$  de béton et un rapport massique eau/ $L_{eq}$ , inférieur ou égal à 0,60 (Tableau 1.4).

Le rapport  $A/(A+C)$  fixé à 0,25, correspond au dosage maximum autorisé par la norme française NF EN 206-1. Nous nous proposons, dans cette étude, de faire varier ce rapport, au-delà de la valeur autorisée. Nous le ferons varier donc de 0,30 à 0,72 en vue d'étudier l'effet

des charges minérales importantes sur la carbonatation des bétons aux fillers. Le mélange granulaire est composé de sable concassé (0/3) et de 3 classes de granulats calcaires de diamètre maximal égal à 25 mm.

Une série de cinq compositions ont été choisies. Le béton de référence ou béton de contrôle est un béton ordinaire, noté BO, issu des travaux de recherche de [Boukli Hacène et col, 2009a, 2009b] et [Boukli Hacène, 2010], dont la formulation et selon les conditions d'expositions, répond aux exigences de la norme NF EN 206-1, (cf. Tableau 1.4).

CLASSES D'EXPOSITION	XC3 – XC4				
COMPOSITION	BO	BO1	BO2	BO3	BO4
G 16/25 (kg/m <sup>3</sup> )	533	520	500	480	463
G 8/16 (kg/m <sup>3</sup> )	432	420	400	390	375
G 3/8 (kg/m <sup>3</sup> )	144	140	135	130	125
Sable 0/3 (kg/m <sup>3</sup> )	660	640	620	595	575
Ciment (kg/m <sup>3</sup> )	350	307	268	222	183
Filler calcaire (kg/m <sup>3</sup> )	0	136	268	378	487
A / (A+C)	0	0.3	0.5	0.63	0.72
Liant équivalent (kg/m <sup>3</sup> ) $L_{eq} = (C + k.A)^*$	350	307	268	222	183
Eau efficace ( $E_{eff}$ )	175	162	156	150	145
$E_{eff} / L_{eq}$	0.5	0.53	0.58	0.68	0.8
Volume de pâte (L)	292	316	346	368	390

Tableau 2. 7 Composition des bétons étudiés

Pour les bétons à étudier, nous avons choisi d'aller dans le sens des écobétons. Pour ce faire, quatre (04) compositions sont formulées. Deux (02) d'entre elles sont formulées sur la base des exigences de durabilité des normes françaises NF EN 206-1 pour les classes environnementales XC3 et XC4 (tableau 1.7).

Pour ces quatre compositions : BO1, BO2, BO3 et BO4, nous avons procédé à la substitution massique du ciment par le filler calcaire selon les rapports A/(A+C) 0.3, 0.5, 0.63 et 0.72 correspondant respectivement aux substitutions massiques de ciment de 10%, 20%, 30% et 40% tout en gardant les mêmes proportions de granulats, du sable et de l'eau.

Les rapports E/C totaux et efficaces des bétons étudiés, en tenant compte des coefficients d'absorption des granulats, sont indiqués sur le tableau 2.7. L'eau efficace sera déduite de la quantité d'eau totale moins la quantité d'eau absorbable par les granulats.

La norme préconise une marge de - 0,02 sur le rapport «  $E_{eff} / L_{eq}$  ». Le liant équivalent ne prendra dans ces conditions que la valeur de C. ( $k=0$ , tableau 1.11). Les quantités sont ramenées au volume de béton constant.

Nous calculerons, à titre d'exemple la quantité de l'eau efficace pour le béton BO1. La quantité totale de l'eau étant de 170 litres (quantité ramenée au volume de béton constant soit  $1 \text{ m}^3$ ). L'eau absorbable par les granulats est égale à  $140 \times 0.013 + (420+520) \times 0.007 = 8.4$  litres. L'eau efficace est donc égale à  $170 - 8.4 = 161.6$  litres

### 2.2.2.3. Confection et conservation des éprouvettes

Pour le gâchage des bétons, les constituants (granulats et sable), préalablement séchés dans l'étuve à  $110 \pm 5^\circ \text{C}$  pendant 24h puis refroidis à l'air ambiant, sont introduits, selon les proportions massiques prédéterminés, du plus gros au plus fin : graviers (16/25, 8/16, 3/8), ciment, filler calcaire, sable, dans un malaxeur d'une capacité de 125l / 54 kg et une vitesse de rotation  $n = 1400/26 \text{ min}$  (figure 2.1). La paroi du malaxeur est humidifiée avant toute introduction du matériau. Le malaxage dure 1 minute 30 secondes à sec et se prolonge de 2 minutes 30 secondes après l'ajout de l'eau ; le temps de malaxage total préconisé est de quatre minutes.



Figure 2. 1 Malaxeur d'une capacité de 125 litres

Pour la mise en œuvre des bétons, nous procédons au remplissage de deux types de moules :

- Les moules cylindriques 16 x 32 cm servant à la mesure de la résistance mécanique (figure 2.2).
- Les moules prismatiques 7 x 7 x 28 cm, sont utilisés pour les différents essais de durabilité (figure 2.3).



Figure 2. 2 Moule cylindrique 16x32 (cm)





Figure 2. 3 Moule prismatique 7x7x28 (cm)

La mise en place du béton dans les moules a eu lieu par vibration sur la table à secousses conformément aux normes NF P 18-421 (NA 2598). Les moules sont remplis en deux couches successives, chacune étant vibrée pendant la durée déterminée par la norme, en fonction des dimensions des éprouvettes.

Pour chaque formulation, trois (03) éprouvettes cylindriques et cinq (05) éprouvettes prismatiques ont été préparées.

Une fois le béton mis en place, les moules cylindriques sont pesés pour calculer la masse volumique apparente du béton frais. Les éprouvettes sont conservées dans leur moule pendant 24 heures sous un film plastique. Après démoulage, elles sont immergées dans l'eau à  $T = 20 \pm 0,5^\circ \text{C}$  (figure 2.4), conformément à la norme NA 426, jusqu'aux échéances prévues pour le lancement des essais : 28 jours pour les essais de résistance mécanique et début de traitement pour les éprouvettes destinées aux essais de durabilité suivant les recommandations du guide A.F.G.C. (Baroghel-Bouny, 2004)



Figure 2. 4 Cure des éprouvettes (immersion totale dans l'eau).

## **2.3. PROCEDURES EXPERIMENTALES**

### **2.3.1. Mesure de la masse volumique apparente**

Une fois sorties de l'eau, les éprouvettes sont essuyées puis pesées une à une. Leur masse volumique apparente est calculée en divisant la masse par le volume correspondant conformément à la norme NA 427. Ceci a été fait pour l'ensemble des éprouvettes. Les valeurs de la moyenne des masses volumiques apparentes de chaque formulation sont reportées sur le tableau 2.8.

### **2.3.2. Essai de résistance à la compression**

Bien que la résistance en compression n'est pas en soi un indicateur de durabilité, toutefois elle est mesurée de façon systématique car elle fait partie des spécifications de la norme. Elle est étroitement liée à la porosité, par suite à la structure de la pâte de ciment. Il est donc intéressant de la mettre en relation avec la carbonatation. Ceci a été fait plus ou moins explicitement dans de nombreuses études. De façon générale, la profondeur de carbonatation décroît quand la résistance à la compression augmente [Papadakis et col., 1991 ; Chang et col., 2004 ; Baron et col., 1996 ; Roy et col., 1999 ; Assié, 2004]. Pour une résistance à la compression donnée, la profondeur de carbonatation peut toutefois varier de façon significative, en fonction du type de ciment utilisé [Baron et col., 1996].

#### **2.3.2.1. Surfaçage des faces de chargement**

Nous avons procédé au surfaçage des éprouvettes cylindriques à l'aide du soufre normalisé. Il adhère convenablement au béton et ne l'affecte en aucun cas, conformément à la norme NA 2599. Le surfaçage a pour but d'obtenir une planéité parfaite des faces de chargement ainsi que l'orthogonalité de celles-ci par rapport aux génératrices du cylindre. Il permet aussi de diminuer le frottement.

#### **2.3.2.2. Conduite de l'essai**

L'effort est appliqué par une presse hydraulique de 3000 kN, dont le chargement est contrôlé en force, à raison de 0,5 à 0,7 kN par seconde. L'essai pour la détermination de la résistance à la compression des éprouvettes, est exécuté conformément aux prescriptions de la norme NA 427. La contrainte de rupture est donnée directement par la machine d'essai avec une précision de 0.5 MPa.

### **2.3.3. Mesure de la porosité accessible à l'eau**

Les mesures sont effectuées selon le mode opératoire AFPC-AFREM 97 pour la détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible à l'eau, sur échantillons de chaque formulation.

Les éprouvettes 7x7x28 cm sont sciées, sous eau à l'aide d'une scie diamantée, en 3 parties. L'échantillon est placé dans un dessiccateur étanche dans lequel on fait le vide jusqu'à atteindre une pression de 25 mbar (figure 2.5).



Figure 2. 5 Dispositif utilisé pour mesurer de la porosité accessible à l'eau : Dessiccateur et pompe à vide.

Le vide est maintenu pendant 4 heures. On recouvre ensuite l'échantillon de 20 mm d'eau pendant  $20h \pm 1h$  à pression réduite et à  $T = 20^\circ C$ . L'échantillon est ensuite pesé immergé (pesée hydrostatique), puis pesé dès la sortie de l'eau du récipient et essuyé.

Ensuite l'échantillon est placé dans une étuve ventilée à  $(105 \pm 5)^\circ C$  jusqu'à masse constante. Il faudra que deux pesées successives ne diffèrent pas de plus de 0,05%.

La détermination de la masse volumique apparente et de la porosité accessible de chaque échantillon se fera par les formules suivantes :

$$\text{Porosité accessible (\%)} = \frac{M_{sat(air)} - M_{sec}}{M_{sat(air)} - M_{sat(eau)}} \times 100 \quad (2.1)$$

Avec :  $M_{sec}$  : masse à l'état sec dans l'air

$M_{sat(air)}$  : masse saturée dans l'air

$M_{sat(eau)}$  : masse nette saturée dans l'eau (pesée hydrostatique)

Les résultats de l'essai sont consignés dans le tableau 2.8.

Par ailleurs, on se propose de déterminer la compacité du squelette granulaire afin de vérifier directement la densité de l'empilement. La compacité des bétons frais,  $\Phi$  exprimée en %, est calculée à partir de leur masse volumique apparente, mesurée après la mise en place dans les moules en tenant compte de la masse volumique absolue des constituants solides dans les mélanges, par la formule suivante [Bessa, 2004]:

$$\Phi = 100 \times \left( \frac{M_c}{\rho_c} + \frac{M_s}{\rho_s} + \frac{M_g}{\rho_g} + \frac{M_a}{\rho_a} \right) \times \left( \frac{M_{va}}{M_c + M_s + M_g + M_a + M_e} \right) \quad (2.2)$$

Où :

$M_{va}$  : représente la masse volumique apparente du béton frais après sa mise en place dans les moules ( $kg/m^3$ )

$\rho_c$  : est la masse volumique absolue du ciment (en  $kg/m^3$ )

$\rho_s$  : est la masse volumique absolue du sable (en  $kg/m^3$ )

$\rho_g$ : est la masse volumique absolue du gravier (en  $\text{kg/m}^3$ )

$\rho_a$ : est la masse volumique absolue de l'addition (en  $\text{kg/m}^3$ )

$M_c, M_s, M_g, M_a$  et  $M_e$  Sont les masses respectives du ciment, du sable, des granulats, de l'addition et de l'eau.

La porosité initiale des bétons,  $P_i$ , exprimée en %, peut alors être déterminée comme étant le complément de la compacité par la relation :

$$P_i = 100 - \Phi \quad (2.3)$$

La porosité des cinq bétons a été déduite par cette méthode et les résultats sont consignés dans le tableau 2.8.

Type de béton	BO	BO1	BO2	BO3	BO4
Masse volumique apparente béton ( $\text{kg/m}^3$ )	2294	2302	2310	2317	2324
Résistance moyenne (MPa)	31.25	30.7	30.1	22.3	19.1
Ecart type (MPa)	2.4	2.6	0.56	2.9	2.5
Porosité accessible (%)	11,3	12,3	12,8	13,7	14,3
Porosité rapportée au volume de pâte (%)	38.7	38.9	37.3	37.2	36.7
Porosité initiale $P_i$ (%)	18.9	18.3	17.5	16.8	16.3

Tableau 2. 8 Propriétés physiques et mécaniques des bétons étudiés

## 2.3.4. Essais de carbonatation accélérée

### 2.3.4.1. Principe de l'essai de carbonatation accélérée

Le principe de l'essai de carbonatation accélérée consiste à introduire du dioxyde de carbone dans une enceinte pouvant maintenir une humidité relative de 65 % et un système d'alimentation en mélange gazeux (50 % de  $\text{CO}_2$  et 50 % d'air). Dans l'enceinte les échantillons (bétons et/ou pâtes de ciment) sont disposés espacés de 2 cm l'un de l'autre.

Les échantillons à tester sont retirés de l'enceinte après 2 jours de vieillissement accéléré et sont pesées. Pour la mesure des épaisseurs de béton carbonaté, les éprouvettes sont fendues en deux et la lecture se fait sur fracture fraîche à l'aide d'un indicateur coloré de pH, la phénolphthaléine (voir paragraphe 1.6.2 du chapitre 1).

### 2.3.4.2. Protocole de l'essai de carbonatation accélérée

Pour l'essai de carbonatation accélérée, nous avons utilisé 3 éprouvettes de béton de dimensions  $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$  pour chaque formulation. Après une cure humide de 28 jours, les éprouvettes sont retirées de l'eau pendant 48 heures (cette période de 2 jours a coïncidé avec le transport à Nantes).

Les essais ont eu lieu au niveau du laboratoire GEM de l'école centrale de Nantes. Pour la préparation des éprouvettes au séchage et à l'homogénéisation, les deux faces carrées de chaque échantillon sont recouvertes de papier aluminium adhésif afin d'orienter la diffusion du  $\text{CO}_2$  (figure 2.6). Les échantillons sont ensuite pesés avant le début du traitement.



Figure 2. 6 Enceinte de carbonatation accélérée



Figure 2. 7 Préparation des éprouvettes

L'enceinte de carbonatation accélérée qui se trouve à l'Ecole Centrale de Nantes (figure 2.7) est automatisée. Par conséquent, la régulation du  $\text{CO}_2$ , de la température et de l'humidité est contrôlée par un logiciel qui permet de suivre les variations en temps réel. Ce suivi précis des conditions d'exposition nous permet de repérer les événements imprévus : chutes du taux de  $\text{CO}_2$ , augmentation de la température (figure 2.8).



Figure 2. 8 Ecran de contrôle de la température et du taux d'humidité relative à l'intérieur de l'enceinte

L'enceinte a une capacité de 100 litres environ et l'alimentation en  $\text{CO}_2$  est assurée à partir d'une bouteille de mélange  $\text{CO}_2$  et air sous pression dont le débit est réglé.

Il est en effet important d'éviter les surpressions dans l'enceinte pour que le transfert du gaz CO<sub>2</sub> dans les corps d'épreuve se fasse avant tout par diffusion. De l'air est brassé à l'intérieur de l'enceinte afin d'homogénéiser l'atmosphère. Le dispositif est relié à un microordinateur.

#### **2.3.4.2.1 Prétraitement des échantillons**

##### **i. Comparaison des prétraitements existants**

Le prétraitement des échantillons a pour but d'obtenir une teneur en eau inférieure à celle de la saturation. A l'issue de la cure humide les matériaux ont une hygrométrie très élevée, leur carbonatation sous condition accélérée est donc défavorisée parce que l'eau résiduelle dans le matériau empêche la diffusion du CO<sub>2</sub>.

D'après les recommandations de l'AFPC-AFREM (1997), trois principaux critères doivent être remplis :

- l'obtention d'un état hydrique homogène dans l'échantillon,
- la limitation du temps et de la température de séchage afin de réduire les effets secondaires indésirables (altération des hydrates, microfissuration, déshydratation du matériau...),
- la bonne reproductibilité des mesures.

Plusieurs modes de prétraitement sont proposés dans la littérature. Les préconditionnements couramment utilisés sont résumés ci-après :

L'AFPC-AFREM propose de sécher le corps d'épreuve pendant deux (02) jours à 40° C dans une étuve ventilée. Avant le test de carbonatation accélérée, les éprouvettes sont placées pour refroidissement pendant trois jours dans une enceinte où règne une humidité relative de 65±5%. De nombreuses études signalent que ce prétraitement est insuffisant et aboutit à un séchage très superficiel des échantillons, n'affectant que le premier centimètre depuis la surface pour un béton très poreux.

Pour obtenir une distribution uniforme de l'humidité dans des éprouvettes soumises à des essais de perméamétrie au gaz, Parrot (1994) a utilisé une technique qui consiste à sécher partiellement le béton dans une étuve à 50° C puis le conserver pendant quelques jours dans un sac étanche à 50° C puis 20° C. Delmi (2004) pense que ce type de prétraitement risque d'altérer la microstructure en provoquant des gradients de température dans le matériau.

[Thiery 2000] a procédé à un étuvage de béton à 45° C pendant 14 jours, ensuite prolongé pendant 14 jours en scellant les éprouvettes dans un sac plastique étanche. Il a montré qu'avec le mode Parrot, le profil du taux de saturation est quasiment identique avant et après scellage, ce qui signifie que ce mode n'est pas concluant.

Afin de remédier au prétraitement précédent, Thiery (2005) en a adopté un nouveau qui consiste à un étuvage à 45° C pendant un mois et afin d'uniformiser le profil hydrique, il place à l'issue de l'étuvage les corps d'épreuve pendant un mois dans une chambre de dessiccation dans laquelle règne la même humidité relative que celle utilisée pendant la carbonatation accélérée (HR = 53 ± 5 %).

D'autres travaux sur le prétraitement des essais de carbonatation accélérée entrepris par le LCPC (figure 2.9) sont préconisés. Ils consistent en un séchage de 28 jours à T= 60 ± 5° C avec une montée et une descente en température progressive et à une HR=65 ± 5% avec une rampe au début d'augmentation de température de 1° C par heure jusqu'à 60° C ainsi qu'une rampe pendant les cinq derniers jours pour redescendre à 20° C.

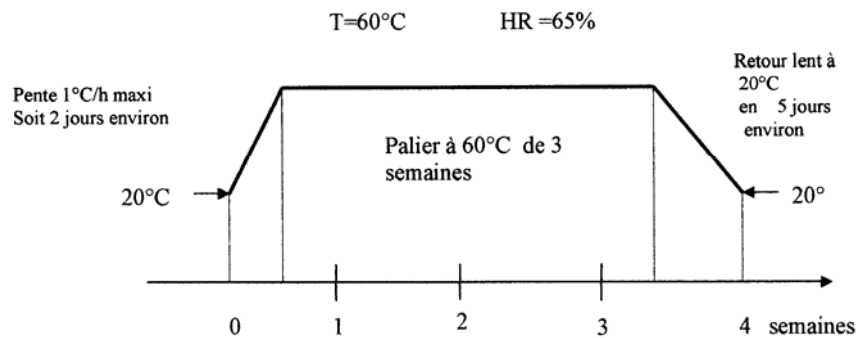


Figure 2. 9 Schéma du cycle de séchage en étuve programmable en T et HR [Dak, 2009]

Une étude comparative de différents préconditionnements a montré que la régulation de l'humidité relative était indispensable et que ce mode de préconditionnement permettait effectivement d'obtenir un taux de saturation assez homogène dans les éprouvettes de béton de résistance à la compression de 20 à 55 MPa, contrairement aux autres traitements.

## ii. Prétraitement de nos éprouvettes

Avant le démarrage de l'essai de carbonatation accélérée, un pré conditionnement des éprouvettes est nécessaire. En effet, comme cela a été vu dans le chapitre 2 § 5.7.10, l'évolution du dioxyde de carbone dans les bétons est très dépendante de la teneur en eau qui y règne dans l'échantillon, du taux de saturation des pores et de l'humidité relative du milieu. L'état hydrique du béton des échantillons au démarrage de l'essai de carbonatation accélérée est donc un facteur déterminant pour l'évolution des profondeurs de carbonatation en fonction du temps.

Ce pré conditionnement intervient à l'issue des 28 jours de saturation. Il doit permettre de désaturer, dans des conditions reproductibles, les échantillons afin que la carbonatation puisse se produire. Le mode opératoire choisit se rapproche de celui de Thiery (2005), avec une réduction de la première étape qui passe de six jours au lieu de 30 jours, il se compose des phases suivantes :

- Un séchage en étuve régulée à 45 °C est réalisé afin de diminuer le taux de saturation des échantillons de béton qui sont placés dans une étuve ventilée pendant six jours. Le séchage est accéléré durant cette période.
- La phase suivante vise à homogénéiser l'humidité dans les échantillons tout en continuant le séchage. Ils sont déplacés vers l'enceinte climatique de carbonatation qui assure l'homogénéisation (figure 46).
- La température et l'humidité sont contrôlées. La durée de l'homogénéisation s'est étalée sur 30 jours (jusqu'à ce que les masses des éprouvettes se soient stabilisées) sous une température de  $(20 \pm 3)^\circ \text{C}$  et une humidité de 65%.

Durant toute la période du séchage et de l'homogénéisation, une mesure de masse est réalisée quotidiennement sur l'ensemble des éprouvettes. Ceci permet de suivre la perte de masse et de décider de la poursuite ou non du séchage dans l'enceinte climatique. Les valeurs de perte de masse pour l'ensemble des échantillons sont consignées en annexe.



Figure 2. 10 Enceinte climatique assurant l'homogénéisation.

#### 2.3.4.2.2 Essai de carbonatation et technique de mise en valeur

A l'issue du traitement de séchage et d'homogénéisation qui a duré 30 jours, du CO<sub>2</sub> est injecté à 50% avec le même volume d'air à une humidité relative toujours maintenue à  $65 \pm 5\%$ . Les mesures ont été réalisées après deux jours de séjour dans l'enceinte de carbonatation. Cinq éprouvettes (une de chaque formulation), sont retirées de l'enceinte, pesées, coupées en deux. Les faces sont humidifiées avec de l'eau puis pulvérisées de solution de phénolphthaléine à 0,1 g / 100 ml d'éthanol. La solution de phénolphthaléine révèle l'interface entre la zone saine et la zone carbonatée.

#### 2.3.4.2.3 Mesure de l'épaisseur de béton carbonaté

L'épaisseur carbonatée se caractérise par le changement de couleur de l'indicateur qui vire au rose foncé dans la zone non carbonatée et incolore dans la zone carbonatée (figure 2.11). Après quelques minutes de la pulvérisation de la solution de phénolphthaléine sur une fracture fraîche, et pour chaque face, la profondeur de carbonatation est mesurée selon le mode opératoire AFPC-AFREM, à l'aide d'une règle graduée en millimètres. Les mesures correspondent aux distances en millimètres entre la surface externe du béton et le front de coloration, en dehors :

- des coins,
- lorsque le front de carbonatation passe par une interface granulats-matrice, sont concernés les granulats dont le  $D > 3$  mm (figure 2.12).

Cinq distances sont déterminées pour chaque face. Nous retenons comme résultat la moyenne arithmétique des épaisseurs mesurées à savoir :

- la distance la plus faible,
- la distance la plus importante,
- la moyenne relative aux trois distances intermédiaires.

L'épaisseur du béton carbonaté à une échéance donnée est la moyenne, arrondie au millimètre des quatre valeurs moyennes (Tableau 2.8) obtenues sur chacune des faces (Norme NF P18-458).





Figure 2.11 Mise en évidence de l'épaisseur carbonatée par la solution de phénolphaléine

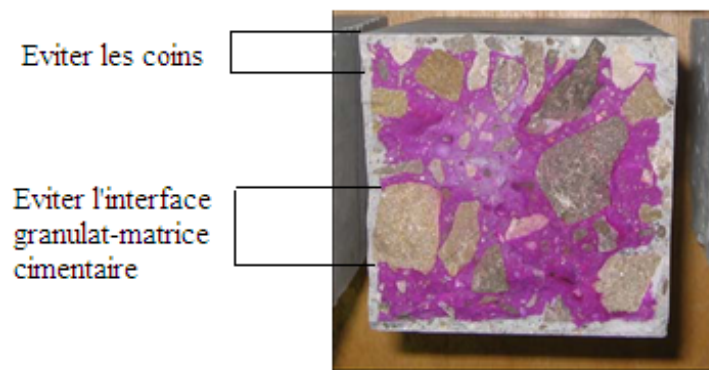


Figure 2.12 Principe de mesure de l'épaisseur carbonatée sur éprouvette 7/7/28

Référence béton :		Age du béton :		Temps de présence dans l'enceinte de carbonatation:	
Faces	5 distances	Distance		Moyenne des 3 distances intermédiaires	Moyenne sur l'éprouvette
		Mini	Maxi		
A					
B					
C					
D					

Tableau 2.9 Modèle de tableau récapitulatif type de suivi des échéances de carbonatation.

### 2.3.5. Carbonatation naturelle

La carbonatation naturelle des éprouvettes est la méthode la plus proche de la réalité.

Après maturation de 28 jours dans l'eau, les échantillons de bétons (3 de chaque formulation) sont exposés à l'air libre, en août 2010, aux conditions climatiques de la ville de Tlemcen à une latitude de 34°52'26.67"N, longitude 1°17'54.60"O et une altitude de 800 m environ.

Aux échéances retenues (9 mois et 20 mois), les échantillons sont rompus par fendage et ensuite soumis à une pulvérisation de phénolphtaléine après humidification des surfaces. Les profondeurs de carbonatation ont été mesurées de la même manière que pour la carbonatation accélérée.

Les valeurs des épaisseurs carbonatées des 5 formulations pour les 3 échéances (2 jours pour la carbonatation accélérée et 9 et 20 mois pour la carbonatation naturelle) sont consignées dans le tableau 2.9

Type de béton	BO	BO1	BO2	BO3	BO4
Epaisseur carbonatée en accélérée à 2j (mm)	10	15	20	35	35
Epaisseur carbonatée en naturelle à 9mois (mm)	2	4	5	6	9
Epaisseur carbonatée en naturelle à 20mois (mm)	3	7	8	10	14

**Tableau 2. 10 Profondeurs carbonatées relatives aux éprouvettes soumises aux tests de carbonatation accélérée et naturelle.**

## 2.4. CONCLUSION

Nous avons présenté, dans ce chapitre, les matériaux utilisés pour la confection des bétons avec et sans additions, ainsi que les techniques expérimentales utilisées et traitées par une approche performantielle selon le concept de l'équivalence de performance.

Ensuite, nous avons décrit la procédure expérimentale adoptée pour les essais de carbonatation accélérée. Le principe de base réside dans le choix et le contrôle d'une humidité relative proche de 65 % et d'une concentration en CO<sub>2</sub> de l'ordre de 50 %. Après cure humide de nos matériaux, un prétraitement par séchage est indispensable pour faciliter la pénétration du CO<sub>2</sub>. Il doit être efficace (sans pour autant trop assécher le matériau, faute de quoi la dissolution du CO<sub>2</sub> dans l'eau des pores est impossible) et rapide ; il doit conduire également à une répartition de l'humidité la plus homogène possible. Nous avons opté pour un étuvage à 45° C pendant 5 jours, suivis d'un traitement d'homogénéisation dans une enceinte de dessiccation (enceinte de carbonatation) à HR = 65 %.

Dans un deuxième temps, les techniques de suivi de la progression de la carbonatation ont été sommairement présentées. La mesure de la profondeur de carbonatation proprement dite est réalisée par projection d'un indicateur coloré, la phénolphtaléine, dont la simplicité de mise en œuvre permet une utilisation tant en laboratoire qu'*in situ*.

Dans un troisième temps, les méthodes d'estimation des propriétés de transfert ont été décrites. La porosimétrie accessible à l'eau des bétons non carbonatés est réalisée par pesée hydrostatique et étuvage à 105° C sur des éprouvettes de volume représentatif (7x7x28). Ceci pour évaluer l'impact de la carbonatation naturelle et accélérée sur les propriétés de transfert.

Les différentes techniques énumérées sont utilisées pour suivre l'évolution de la carbonatation dans nos matériaux et comprendre les corrélations qui existent entre les transformations chimiques et les modifications microstructurales.

## **CHAPITRE 3.**

### **Résultats expérimentaux et interprétation**

### 3.1. VARIATION DE MASSE VOLUMIQUE ET DE POROSITE

Nous constatons que la masse volumique et la porosité initiale (figures 3.1 et 3.2) sont très influencées par l'ajout de filler calcaire. Nous observons une augmentation de la densité et une diminution de la porosité initiale, linéaires en fonction du taux de ciment substitué.

L'introduction des additions minérales dans le mélange est effectuée en substitution massive du ciment. Dans ce cas, sachant que la masse volumique absolue de l'addition est plus faible que celle du ciment, le volume absolu du liant (ciment+addition) croît proportionnellement au taux de substitution du ciment par l'addition. Si de plus, le rapport massique eau/liant reste constant, le rapport volumique eau/liant diminue. En conséquence, les modifications dans la matrice cimentaire sont d'autant plus importantes que le taux de substitution du ciment par l'addition augmente et que l'écart entre la masse volumique absolue du ciment et celle de l'addition est significatif.

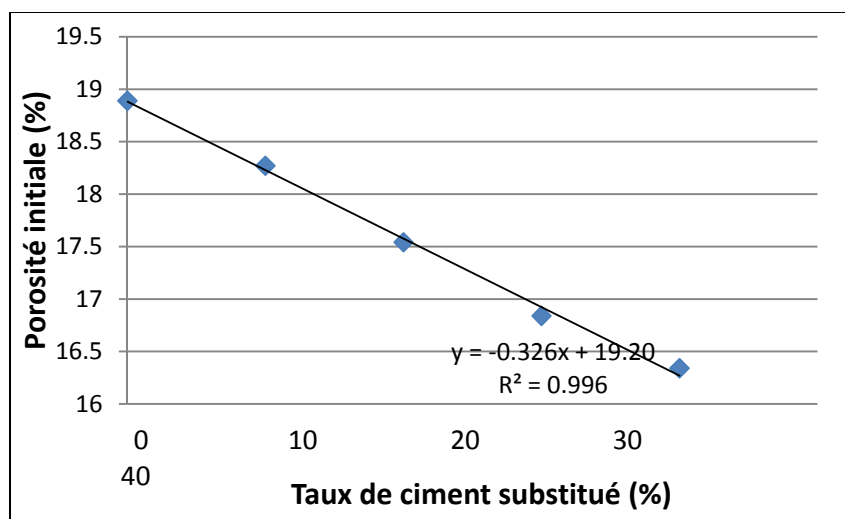


Figure 3.1 Variation de la porosité initiale des bétons en fonction du taux de fillers

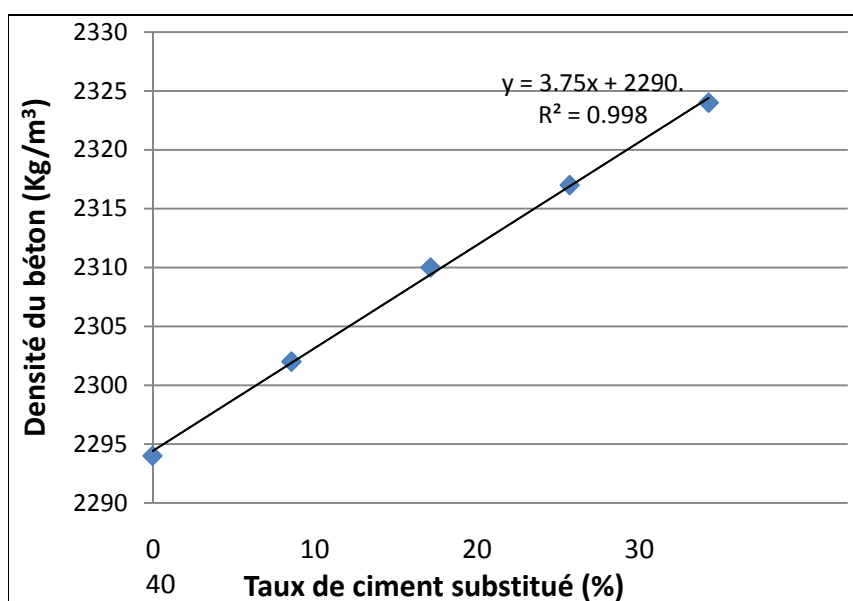


Figure 3.2 Variation de la masse volumique des bétons en fonction du taux de fillers

### 3.2. INFLUENCE DE LA QUANTITE DES ADDITIONS

Nous rappelons que les quatre bétons avec additions ont été obtenus par substitution massive de ciment par une proportion de  $(A/A+C)$  d'addition minérale à savoir le filler calcaire. Le volume absolu des phases solides et le volume d'eau de chaque béton avec addition ont été gardés constants (égaux au volume de béton de contrôle (figure 3.3)).

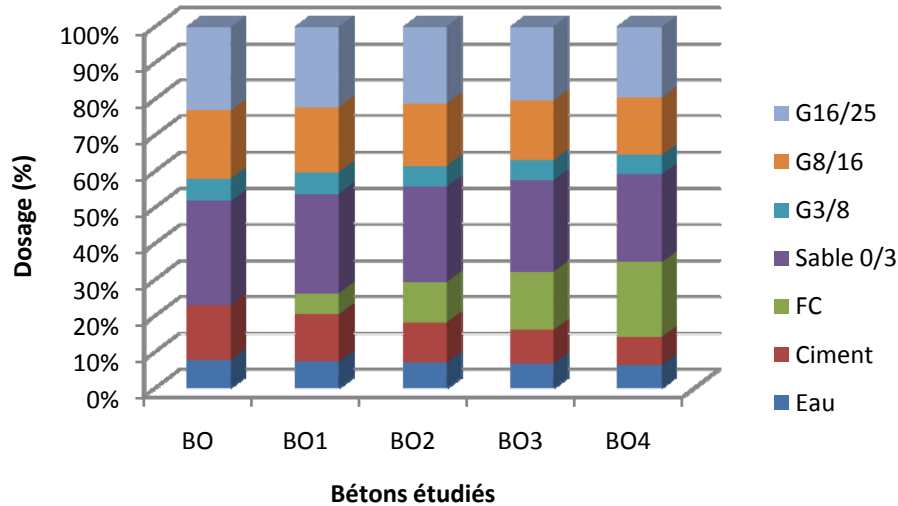


Figure 3.3 Composition des bétons

Comme attendu, la porosité ouverte qui n'est que la porosité accessible à l'eau  $P$ , mesurée expérimentalement sur béton pour chaque formulation est significativement plus faible que la porosité initiale  $P_i$ . Ceci peut s'expliquer par la réaction d'hydratation du ciment et la formation des hydrates lors de la prise et le durcissement du béton qui permet d'une part de fixer une partie de l'eau nécessaire au gâchage et d'autre part de réduire le volume et la connectivité du réseau capillaire initialement présent dans le béton frais.

D'après [Bessa, 2004], si l'on raisonne sur le béton de contrôle qui est sans addition, la différence  $\Delta P = P_i - P$ , (où  $P_i$  est la porosité initiale et  $P$  la porosité accessible du béton de contrôle, sans addition, tableau 2.8) désigne la capacité du ciment à remplir la porosité du béton frais par son hydratation (figure 3.4). Si l'on considère de plus qu'un taux  $A/(A+C)$  est substitué au ciment par un matériau qui ne présente aucun effet sur le processus d'hydratation tout en maintenant constante la porosité initiale  $P_i$  de la formulation, il est loyal de penser que la contribution du ciment au remplissage de la porosité du mortier ( $P_i - P$ ) serait réduite d'un facteur  $\left(1 - \frac{A}{A+C}\right)$  en raison de la diminution de sa quantité. Dans ce cas, la porosité ouverte  $P_{th}$  de ce béton devrait être égale à :

$$P_{th} = P_i - (P_i - P) \left(1 - \frac{A}{A+C}\right) = P_i - (P_i - P) \left(\frac{C}{A+C}\right) \quad (3.1)$$

La relation (3.1) [Bessa, 2004] présume que cette substitution ne perturbe pas le processus de remplissage de la porosité capillaire du béton par les hydrates. La porosité  $P_{th}$  ainsi calculée n'est donc qu'une valeur théorique en l'absence d'interaction ciment-matériaux de substitution. Elle est systématiquement supérieure ou égale à la valeur de la porosité accessible mesurée expérimentalement sur les bétons avec additions. A ce titre, elle peut donc servir de référence

pour apprécier, dans le cadre de nos essais, la contribution des additions à la réduction de la porosité du béton lors du processus d'hydratation.

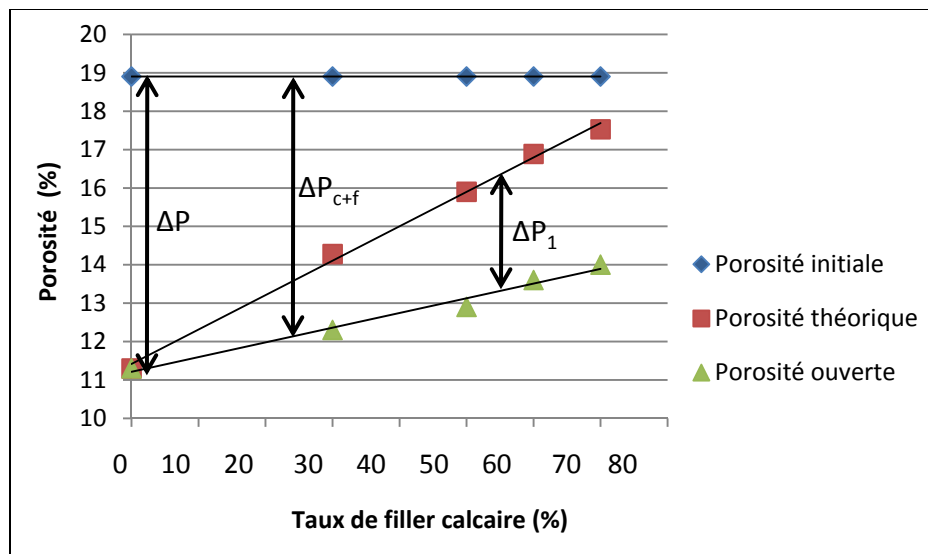


Figure 3.4 Variation théorique de la porosité  $P$ , des bétons durcis en fonction du taux de substitution du ciment par le filler calcaire (matériau inerte).

Nous avons donc calculé la porosité théorique  $P_{th}$  pour la série de nos bétons formulés en considérant les différents taux de substitution ( $A/A+C$ ) et en utilisant les valeurs de  $P_i$  et  $P$  mesurées sur le béton de contrôle. Nous avons également calculé l'écart de porosité  $\Delta P_1$  entre la porosité théorique  $P_{th}$  et celle mesurée  $P$  sur la formulation avec additions (qui est généralement plus faible que  $P_{th}$ ) :

$$\Delta P_1 = P_{th} - P \quad (3.2)$$

L'écart  $\Delta P_1$  (figure 3.4) désigne l'ampleur de la contribution de l'addition au remplissage de la porosité du béton au cours de l'hydratation. Cette contribution peut être attribuée pour l'essentiel à un volume complémentaire de produits hydratés mais aussi à une réduction plus efficace de la connectivité des capillaires dans la matrice cimentaire en présence de l'addition.

Enfin, nous avons calculé l'écart de porosité  $\Delta P_{C+F}$  entre la porosité initiale  $P_i$  du béton avec additions (qui est égale à celle du béton de contrôle) et la porosité mesurée  $P$  sur le béton durci :

$$\Delta P_{C+F} = P_i - P \quad (3.3)$$

L'écart  $\Delta P_{C+F}$  (figure 3.4) désigne la contribution du couple ciment-addition au remplissage de la porosité au cours du processus d'hydratation. Il représente, en première approche, le volume d'eau fixée dans les produits hydratés et constitue un indicateur indirect de l'ampleur de l'hydratation et du volume de produits hydratés formés.

Sur la base de la porosité théorique, il apparaît, en première approche, que le filler calcaire contribue au remplissage de la porosité en plus de ce que l'hydratation du ciment seul pouvait apporter (en présence d'une addition inactive). En effet, les porosités mesurées sont systématiquement inférieures à la porosité théorique  $P_{th}$ , démontrant l'existence d'interactions ciment-addition qui contribuent au remplissage de la porosité, pour tous les taux de

substitution du ciment à la précision de la mesure près (figure 3.5). Malgré ces interactions favorables, la porosité ouverte tend toutefois à augmenter avec la teneur en addition.

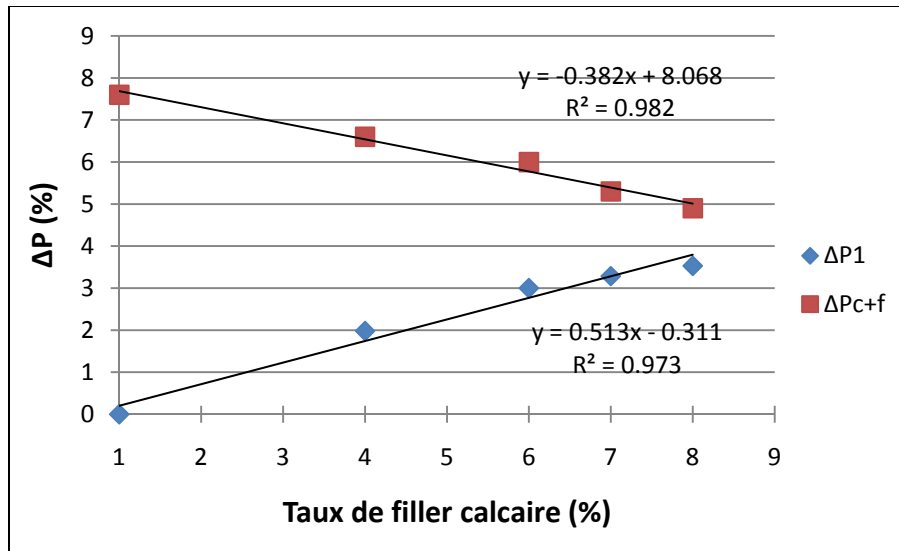


Figure 3.5 Contribution des fillers calcaires à la porosité des bétons étudiés.

### 3.3. POROSITE DE LA PÂTE

Les tendances observées pour la porosité accessible à l'eau sont rapprochées, et les valeurs de porosité rapportée au volume de pâte (cf. Tableau 2.8) confirment, d'une part que l'introduction du filler calcaire dans la formulation de béton entraîne une augmentation importante de la quantité de pâte, comparée au béton de contrôle, et d'autre part, l'hypothèse faite pour expliquer les écarts de résistances. En effet, les porosités globales étant rapprochées l'une de l'autre, pourraient être difficiles à interpréter : les bétons BO2 et BO3 ont par exemple des porosités globales qui ne diffèrent pas beaucoup (Porosité (BO2) = 12.9% et Porosité (BO3) = 13.6%) qui ne permettent pas d'interpréter les écarts d'autres propriétés, notamment la résistance (figure 3.6).

La porosité rapportée au volume de pâte a été calculée à partir de l'hypothèse que toute la porosité accessible à l'eau dans le béton est la porosité de la pâte [Rozière, 2007], selon la relation (3.4) :

$$\text{Porosité}_{\text{Béton}} = \text{Porosité}_{\text{pâte}} \times \text{Volume de pâte} \quad (3.4)$$

Le volume de pâte a été défini comme la somme des volumes absolus des éléments fins (ciment et filler) et de l'eau efficace et les valeurs sont données dans le tableau 2.7.

Les fines calcaires arrivent à remplir une partie de la porosité tout en libérant l'eau. L'excès de fillers calcaires favorise la formation d'un volume de pâte (eau+ciment+fillers) plus important par rapport aux grains solides.

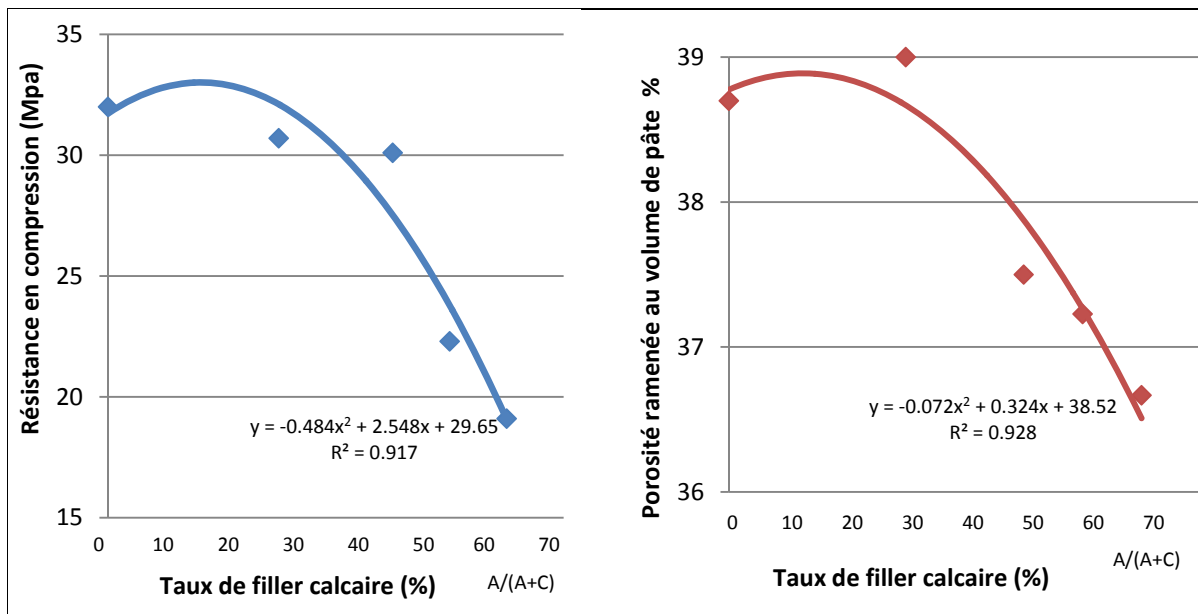


Figure 3.6 La perte de résistance due à la substitution du ciment par du filler calcaire selon le rapport A/(A+C) confirmée par la porosité ramenée au volume de pâte.

### 3.4. RESISTANCE A LA COMPRESSION

La résistance en compression et la porosité peuvent être considérés comme des propriétés globales. Les résultats donnés dans le tableau 2.8 sont les moyennes de mesures effectuées sur trois échantillons.

La résistance caractéristique spécifiée étant de 25 MPa pour la classe considérée XC3-XC4, il en résulte que les résistances moyennes mesurées sur nos échantillons (tableau 2.8 et figure 3.7) sont de 23 % (pour BO1) et 20% (pour BO2) supérieures à la valeur caractéristique spécifiée et inférieures respectivement de 2% et 4% par rapport à la résistance en compression du béton de contrôle BO (sans ajouts).

Sachant que les valeurs des résistances moyennes sont supérieures à la valeur de la résistance caractéristique, il est opportun de calculer les valeurs caractéristiques correspondantes à chaque type de béton formulé.

La résistance caractéristique  $f_{ck}$  est donnée par l'équation (3.5) suivante [Boukli Hacène, 2010] :

$$f_{ck} = f_c - k(p)\sigma \quad (3.5)$$

où  $f_c$  (MPa) est la résistance à la compression moyenne du béton ;  $\sigma$  (MPa) est l'écart type ;  $k(p)$  est la fonction de répartition de la loi réduite, tabulée dans tous les manuels de statistiques.

Pour un ordre de risque  $p=5\%$ ,  $k=1.64$



La figure (3.7) suivante représente les valeurs des résistances moyennes ainsi que les valeurs des résistances caractéristiques des bétons de l'étude, calculées par la formule (3.5) ; Les valeurs de l'écart type de chaque béton sont portées sur le tableau 2.8.

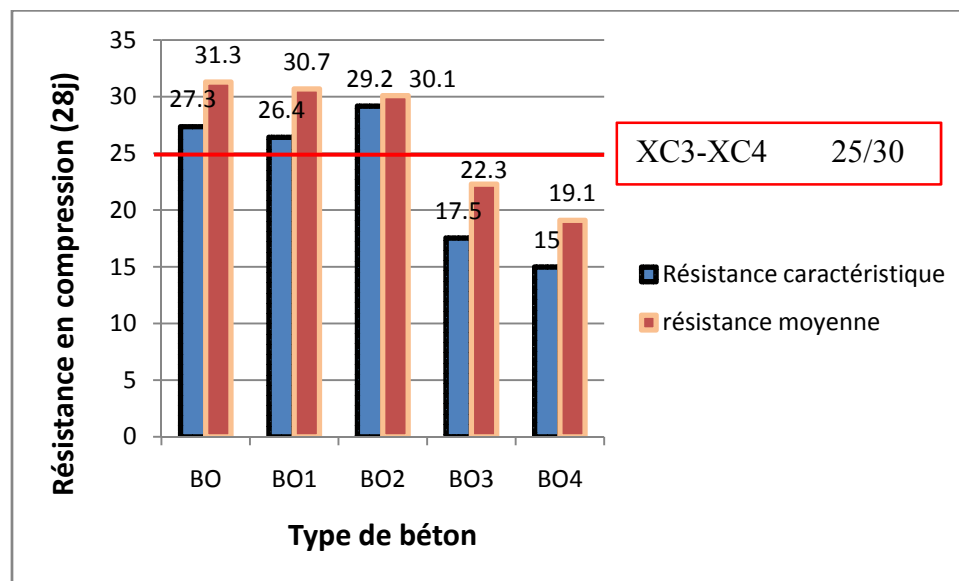


Figure 3.7 Résistance en compression à 28 jours des bétons étudiés

Nous constatons que la substitution jusqu'à 20% de ciment offrait aux bétons BO1 et BO2 des valeurs de résistances caractéristiques supérieures à la valeur seuil de 25 MPa exigée par la classe d'exposition XC3-XC4 et qui ne s'éloignent pas trop de celle du béton de contrôle.

En effet, ce maintien ou parfois ce gain de résistances obtenues pour les échantillons BO1 et BO2 par rapport au béton de contrôle ne peut être expliqué que par le pouvoir accélérateur positif reconnu au filler calcaire qui vient compenser l'augmentation du rapport E/C par la diminution de la quantité de ciment de 10% et 20% et remplacé respectivement par des taux de filler ( $\frac{A}{A+C}$ ) respectifs de 30% et 50%.

Plusieurs chercheurs comme Detwiler et Tennis 1996, rapporté par [F. de Larrard, 1999] ont montré que les fillers calcaires jouaient un double rôle dans le béton durci, vis-à-vis de la résistance à la compression. Ils ont tout d'abord un *effet accélérateur*, les grains agissent comme des sites de nucléation et la probabilité que les CSH dissous rencontrent des particules solides, pour précipiter, est alors augmentée. Cet effet n'intervient qu'au jeune âge, et tend à disparaître après 28 jours.

Il est généralement admis que les fillers calcaires accélèrent la vitesse d'hydratation des ciments Portland, en modifiant la morphologie des cristaux de "CSH" formés et en entrant en concurrence avec le gypse ou l'anhydrite [Chloup, 1996]. Cet effet n'intervient qu'au jeune âge, et tend à disparaître après 28 jours. C'est donc l'effet de la nucléation hétérogène qui produit un excès d'hydrates formés du au fait que la réaction entre l'eau et le ciment est plus rapide en présence de poudre calcaire [Baron 1996].

Ils ont ensuite un *effet liant*, si le ciment contient suffisamment d'aluminates. Dans ce cas, des carboaluminates apparaissent, qui ont par eux-mêmes une certaine capacité liante.

Cette approche de résistance au béton de contrôle peut être attribuée donc à la réaction qui se produit entre le calcaire et l'aluminate tricalcique  $C_3A$  du ciment portland qui est présent à un taux relativement élevé, de 11 % (voir tableau 2.2), pour former un carboaluminate de

calcium hydraté qui se précipite dans les pores et à l'accélération de l'hydratation des  $C_3S$  due à la présence des particules de calcaires.

En effet, comme il est mentionné dans la littérature (Chloup, 1996), en présence de calcite ( $CaCO_3$ ), le mélange de silicate et aluminat tricalcique hydratés, ces deux constituants essentiels du clinker conduisent à la formation rapide d'une portlandite complexe et d'un gel qui englobe non seulement des carbonates, mais aussi des aluminates. On a donc une réaction du même type que celui du  $C_3S$  seul (formation d'une portlandite saturée en  $SiO_2$  et un gel de silicate calcique hydraté qui renferme des ions  $CO_3^{2-}$ ). Toutefois, dans ce cas, le gel évolue plus rapidement puisque la forme cristallisée du monocarboaluminate s'en extrait dans le temps.

Cependant, l'incorporation plus importante de filler ( $\frac{A}{A+C} > 50\%$ ) entraîne une baisse considérable de la résistance en compression, cas des bétons BO3 et BO4, qui est attribuée à la diminution marquée de la quantité de ciment. En effet, les teneurs du liant équivalent, qui ne sont que celles du ciment dans notre cas, des bétons BO3 ( $222 \text{ kg/m}^3$ ) et BO4 ( $183 \text{ kg/m}^3$ ) sont inférieures au seuil fixé par la norme, soit  $266 \text{ kg/m}^3$  (tableau 2.7). Ce qui confirme les exigences de la norme en matière de respect des quantités et ce qui engendre l'augmentation du rapport E/C du moment que lors de ce programme d'essai, la quantité d'eau a été gardée constante. Ces pertes de résistances restent beaucoup plus faibles pour que la classe de résistance minimale (C25/30) associée à la classe environnementale XC3-XC4 soit respectée.

### 3.5. TENEUR EN EAU ET HUMIDITE RELATIVE

Une mesure de perte de masse est réalisée quotidiennement sur l'ensemble des échantillons de bétons (3 éprouvettes pour chaque formulation). Ceci permet de suivre la perte de masse et de décider de la poursuite ou non du séchage dans l'enceinte climatique. Le protocole de séchage a été détaillé au chapitre précédent.

Le choix d'une température modérée voisine de  $23^\circ \text{ C}$  semble un compromis acceptable. Cette température modérée a été adoptée par de nombreux chercheurs (AFPC-AFREM, 1997). Cette température doit être limitée afin d'éviter des changements minéralogiques des constituants de la pâte de ciment hydraté, tout particulièrement de l'ettringite que l'on sait être instable à des températures supérieures à  $60^\circ \text{ C}$  [Perraton, 1992].

Nous pouvons constater que le séchage est plus rapide au début, et devient quasiment constant à partir du 50<sup>ème</sup> jour (figure 3.8). Nous considérons que l'équilibre hydrique d'un échantillon est atteint lorsque la variation de masse de celui-ci est inférieure au seuil défini par l'AFPC-AFREM, à savoir moins de 0,05 % en 24 heures. Pour nos échantillons, cet équilibre a été observé à partir du 60<sup>ème</sup> jour pour l'ensemble des échantillons.

Bien que la dispersion soit assez importante entre les masses des différentes éprouvettes, les courbes sont parallèles, cela montre l'homogénéité de l'environnement de séchage. Aussi, le suivi de la cinétique de séchage montre une bonne hiérarchisation des courbes de perte de masse selon le pourcentage de filler ajouté.

Au 70<sup>ème</sup> jour, après avoir pesé les échantillons, ces derniers ont été replacés dans la même enceinte et le test à la carbonatation accélérée a été lancé avec un taux de 50% de  $CO_2$  et 50% d'air. C'est le début de la carbonatation accélérée. Après 2 jours, les échantillons sont retirés pour être pesés. Nous constatons une augmentation de la masse due aux pores qui se remplissent de dioxyde de carbone (figure 3.8).

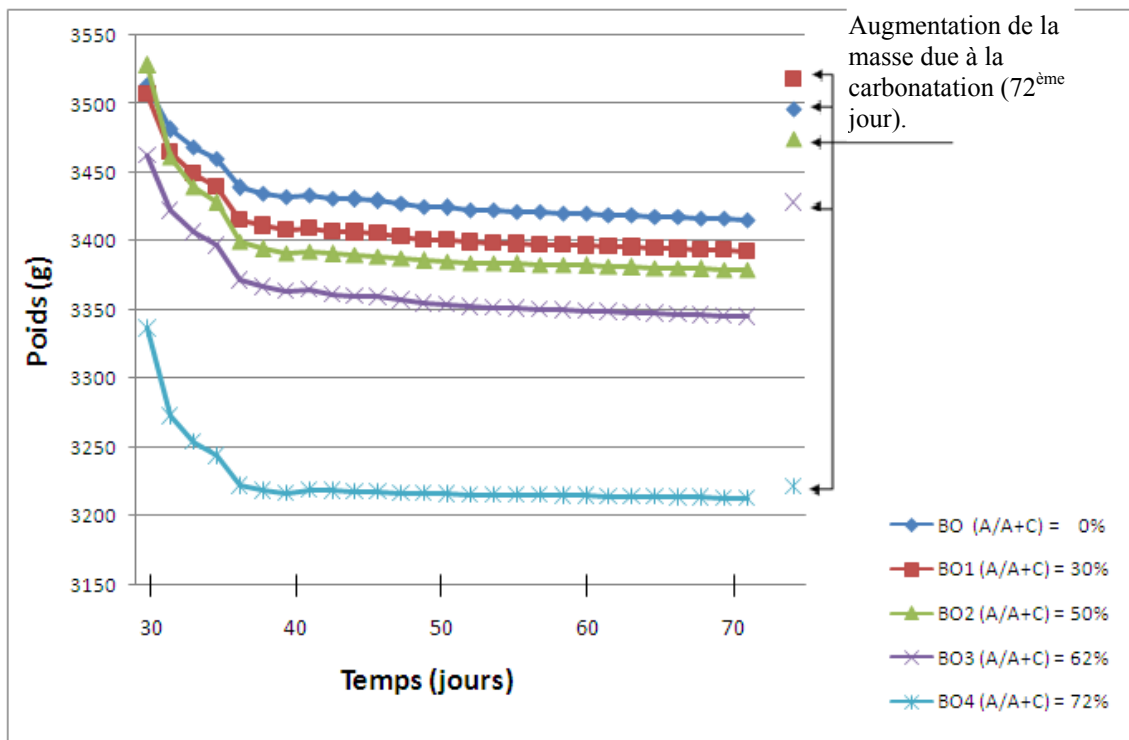


Figure 3.8 Suivi de la perte de masse des échantillons de bétons.

### 3.6. PROPRIETES HYDRIQUES ET DE TRANSPORT

#### 3.6.1. Teneur en eau et humidité relative

Les matériaux poreux comme le béton ont tendance à plus ou moins bien capter l'eau selon l'humidité ambiante. En effet, si un échantillon poreux saturé placé dans une enceinte thermostatée dans laquelle l'humidité relative diminue, l'échantillon perd en poids selon une amplitude dépendante du type de béton et de la variation de l'humidité relative. Nous déterminons la quantité d'eau restante dans le matériau par simple pesée et nous définissons ainsi la teneur en eau  $W(t)$  en % de l'échantillon de béton à l'instant  $t$  par la formule 3.6 :

$$W(t) = \frac{m(t) - m_{sec}}{m_{sec}} \times 100 \quad (3.6)$$

Où  $m(t)$  est la masse de l'échantillon à l'instant  $t$ ,

$m_{sec}$  est la masse de l'échantillon à l'état sec.

La teneur en eau de l'échantillon de béton est fonction de l'humidité relative (HR) de la phase gazeuse en équilibre avec la phase liquide contenue dans le réseau poreux du béton, à une température donnée. La courbe  $W=W(HR)$  obtenue à l'équilibre thermodynamique et à une température donnée est appelée isotherme de sorption de vapeur d'eau (§ I 4.4.1).

Etant donné que nos échantillons sortent d'une cure humide, nous nous intéressons principalement à la phase de désorption des matériaux non encore carbonatés. Cette phase permet d'obtenir la teneur en eau et le taux de saturation des éprouvettes en équilibre avec le taux d'humidité relative égal à 65 %.

Dans le cas de notre travail et pour chaque formulation BO, BO1, BO2, BO3 et BO4, les isothermes de désorption sont obtenues selon le protocole opératoire décrit au chapitre 2 §2.3.4.2.1 à 23° C (figure 3.9). Ces isothermes nous aident à déterminer la quantité d'eau à l'équilibre avec l'humidité relative environnante, au niveau de l'enceinte, soit 65%. C'est le moyen le plus facile mis en œuvre pour mesurer l'aptitude d'un matériau poreux à capter ou à larguer l'eau.

La figure 3.9 révèle clairement que la teneur en eau massique croît notablement à forte humidité relative (au-delà de 75% HR). Ceci se traduit par la forte pente de l'isotherme aux fortes HR qui est augmentée et par conséquent la déviation de l'isotherme devient plus marquée.

L'incurvation à forte HR de l'isotherme est caractéristique des phénomènes de condensation capillaire (§1.4.4.1). L'épaisseur de la couche d'eau adsorbée est augmentée, et la vapeur d'eau se condense. L'eau condensée est soumise à un différentiel de pression entre la phase gazeuse et liquide.

Aussi, nous constatons une nette augmentation de la teneur en eau à saturation en fonction de l'ajout de filler calcaire. Une première explication réside dans le fait que la microstructure et la distribution des pores se voit modifiée par l'addition. Les rayons d'accès au pore deviennent donc plus importants. D'autre part, l'ajout de filler influe sur le rapport E/C que nous voyons augmenter, ce qui est tout à fait cohérent avec une augmentation de la porosité.

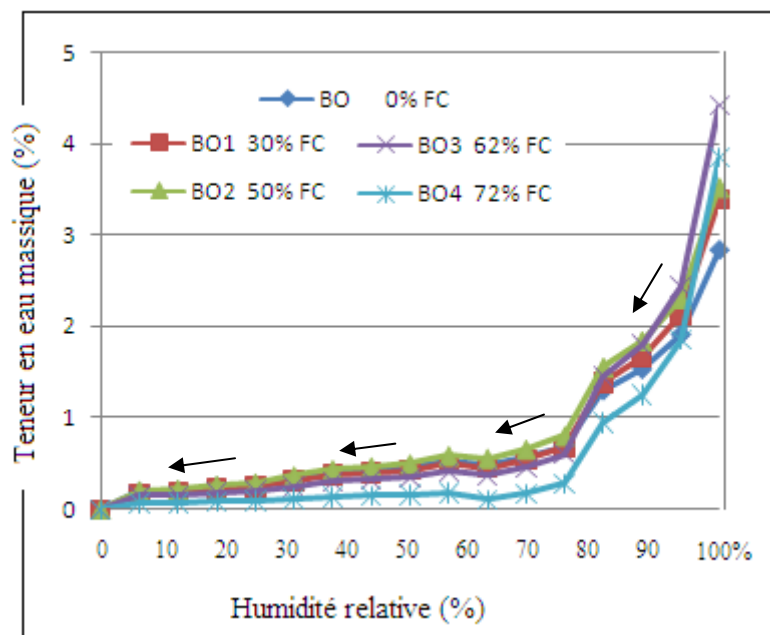


Figure 3.9 Isothermes de désorption obtenues par la teneur en eau à T=23° C et à HR=65% des cinq bétons.

La présence d'une faible convexité aux faibles HR (de 0 à 10% environ) marque l'édification de la couche monomoléculaire (schématisée sur la figure 3.10). Ici, le transport en phase gazeuse est dominant. Cette couche monomoléculaire est formée par les molécules d'eau qui se fixent sur chacun des sites disponibles au sein des pores.

L'existence d'une pente non nulle des courbes entre 10% et 75% rend compte de l'adsorption multimoléculaire (schématisée sur la figure 3.10). Tous les sites d'adsorption du matériau sont occupés. La monocouche que nous avons décrite précédemment agit comme substrat d'adsorption de nouvelles couches. Un film d'eau liquide se forme mais n'est pas

suffisamment épais pour occuper toute la section du pore ni pour être soumis à un gradient de pression.

Les teneurs en eau sont presque identiques pour l'ensemble des formulations et ont la même allure tout au long de cette phase.

Ce type d'isotherme est très fréquent dans le cas de solides peu poreux ou à macropores, car il révèle successivement une adsorption monomoléculaire, puis multimoléculaire ainsi qu'un accroissement notable de la teneur en eau massique à forte humidité relative. (Brunauer et col, 1940 rapporté par Drouet, 2010)

La différence relevée ci-dessus entre les isothermes des cinq bétons rend compte que le comportement hydrique du béton BO4 diffère de celui des autres bétons, bien qu'elle garde la même allure, ceci réside probablement dans le fait que le volume de pâte est beaucoup plus important au niveau de cet échantillon ; les transferts hydriques se font plus rapidement, ceci étant justifiée par la porosité accessible à l'eau enregistrée et qui est élevée par rapport aux reste des bétons.

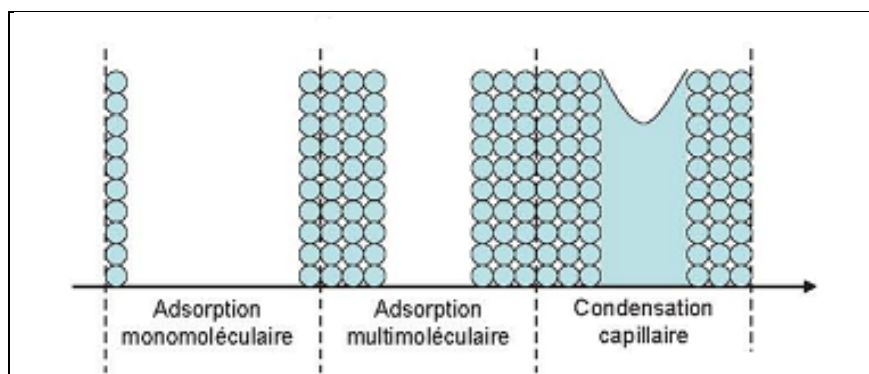


Figure 3.10 Illustration des types de transfert d'humidité associés et possibles dans un pore cylindrique suivant l'HR de l'air ambiant (Drouet 2010).

### 3.7. ESSAI DE CARBONATATION ACCELEREE

L'essai performantiel choisi dans le cadre de l'exposition à la carbonatation est l'essai de carbonatation accéléré, selon le mode opératoire AFPC-AFREM (1997), car il vise une accélération optimale de l'essai ; sa répétitivité et sa reproductibilité ont été étudiées dans le cadre d'essais croisés (Rougeau, 1997).

Le domaine des performances de ces bétons, qui se veut représentatif des compositions élaborées, correspond au domaine des valeurs assez aisément mesurables – 35 mm par rapport à une éprouvette 7x7x28 cm<sup>3</sup> complètement carbonatée.

#### 3.7.1. Profondeur carbonatée

Le résultat de l'essai de carbonatation accéléré le plus couramment utilisé est la profondeur carbonatée. Elle est déterminée, selon le mode opératoire AFPC-AFREM, par une méthode colorimétrique, sur une section des éprouvettes 7 x 7 x 28 cm<sup>3</sup>, à l'échéance de 2 jours. Les profondeurs carbonatées sont représentés sur la figure 3.11. La zone non carbonatée (saine) prend une couleur rose foncé, par contre la zone carbonatée reste incolore. La phénolphtaléine

offre donc une lecture assez simple de la profondeur de carbonatation du fait que le front est net et génère de bons contrastes de couleur.

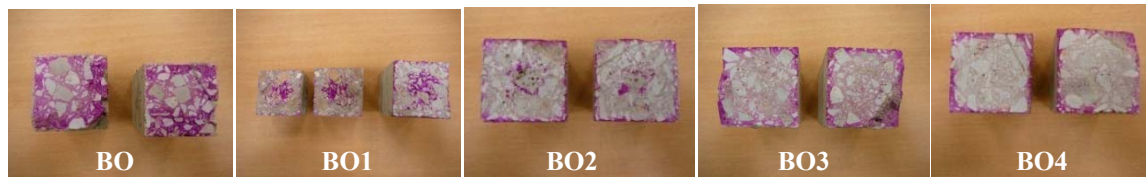


Figure 3. 11 Carbonatation accélérée à 2 jours sur les bétons BO, BO1, BO2, BO3 et BO4.

### 3.7.2. Carbonatation et porosité

Par l'évolution de la profondeur de carbonatation pour le béton de contrôle BO et les bétons additionnés de filler calcaire BO1 à BO4, nous constatons une accélération du phénomène en cas d'utilisation du filler. La figure 3.12, présente l'évolution de la profondeur de carbonatation des différents bétons en fonction du taux de filler calcaire ajouté. La vitesse de progression du front de carbonatation est d'autant plus importante que le rapport E/C est élevé, c'est bien avec  $E/C = 0,68$  et au-delà que la cinétique de la carbonatation est la plus élevée.

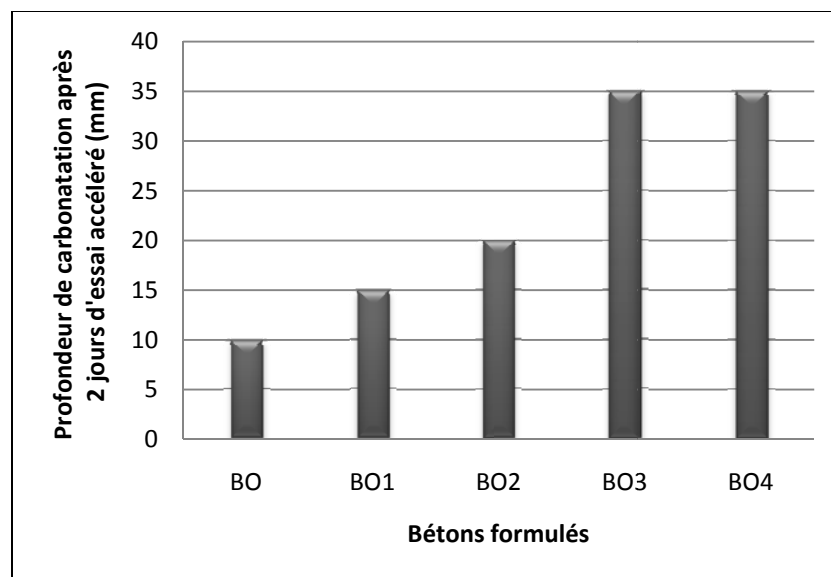


Figure 3. 12 Profondeurs carbonatées après 2 jours d'essai accéléré

Au bout de 2 jours, les bétons BO3 et BO4 se carbonatent totalement. Cette carbonatation rapide est due essentiellement à la valeur importante du rapport E/C qui influe sur la porosité.

Le béton de contrôle, qui a un rapport E/C de 0,5 présente l'épaisseur carbonatée la plus faible (1 cm). Le front de carbonatation du béton BO1 atteint un peu moins que la moitié de son épaisseur (1.5 cm) au bout de 2 jours et un peu plus (2 cm) pour le BO2.

Cette évolution de l'épaisseur démontre bien l'équivalence du poids du rapport E/C sur la cinétique de carbonatation.

Deux raisons peuvent expliquer ce phénomène :

- D'une part, la présence d'ajouts pouzzolaniques pouvant agir chimiquement. Du fait de leur teneur en ciment plus faible, les ciments composés contiennent une quantité moins élevée de

matière susceptible de se carbonater. Localement, le pouvoir tampon des ciments composés est par conséquent moins élevé (la baisse du pH se produit plus rapidement que pour un ciment Portland). Localement le taux de CO<sub>2</sub> consommé est moindre, laissant ainsi une teneur en CO<sub>2</sub> disponible plus élevée pour diffuser en profondeur.

- D'autre part, les pouzzolanes peuvent contribuer à augmenter la profondeur de carbonatation par modification des propriétés de transport. Dans ce sens, (Papadakis et col. 1992a) montrent que l'ajout de pouzzolanes augmente la porosité du ciment car les hydrates formés par réactions pouzzolaniques sont moins volumineux que les hydrates formés dans un ciment Portland. La diffusion du CO<sub>2</sub> gazeux serait alors favorisée.

Des études menées par [Dak, 2009] montrent que la cinétique de carbonatation des bétons à base de CEM II est environ deux fois plus rapide que celle des bétons à base de CEM I. Le fait que nous ayons utilisés un ciment composé pourrait donc influencer sur la progression de la carbonatation.

Nous pouvons dire donc qu'à travers l'influence du rapport E/C, apparaît l'influence de la porosité. La profondeur de carbonatation tend à augmenter quand la porosité du béton augmente comme le montre la figure 3.13. Ainsi, la carbonatation modifie de façon complexe la structure poreuse de la pâte du béton, avec l'atténuation de certains modes poreux et la création de nouveaux modes (Baroghel-Bouny et col., 2004, Thiery, 2005).

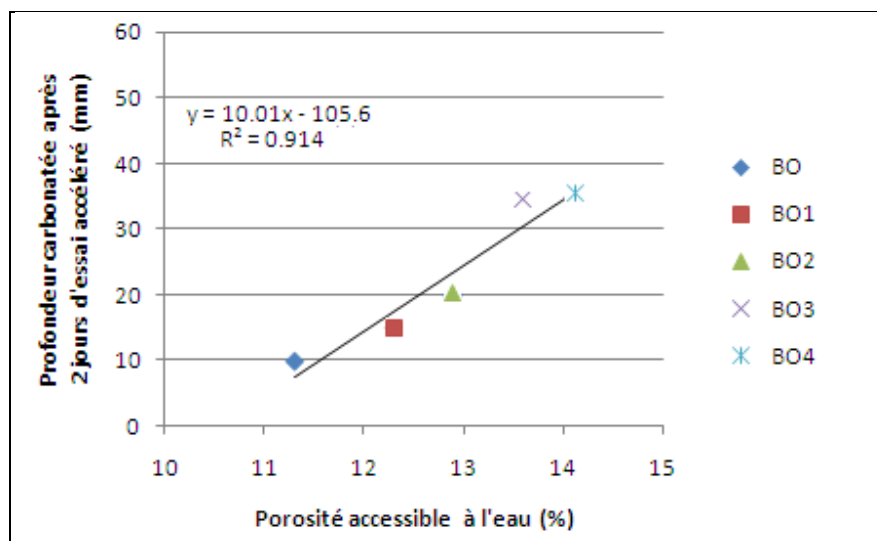


Figure 3.13 Profondeur carbonatée et porosité (après 2 jours d'essai accéléré).

Par le dépôt donc du CaCO<sub>3</sub>, la porosité totale diminue et le mode poreux des capillaires est déplacé vers les plus grands rayons (la porosité capillaire augmente). Les plus gros pores ne semblent pas être affectés, mais le volume des plus petits est réduit.

En effet, nous remarquons pour tous les bétons que la carbonatation, lorsqu'elle progresse dans ces échantillons, induit localement une augmentation significative de la masse volumique qui est attribuée à la fixation du CO<sub>2</sub> sur la matrice cimentaire. Ainsi, le poids des éprouvettes augmente (figure 3.8) ce qui signifie nécessairement que le volume poreux diminue. Cette diminution peut être expliquée par la différence entre les volumes molaires de la portlandite (33 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>) et de la calcite (35 cm<sup>3</sup>.mol<sup>-1</sup>). Dans ce cas, la réaction relative à la transformation d'une mole de Ca(OH)<sub>2</sub> en une mole de CaCO<sub>3</sub> par action de CO<sub>2</sub> induit un

accroissement du volume de la phase solide, donc une diminution de l'espace poreux de  $2\text{cm}^3.\text{mol}^{-1}$ . Cette diminution pourrait aller jusqu'à  $5\text{cm}^3.\text{mol}^{-1}$  en cas de formation de vatérite.

Ainsi, nous pouvons dire que les gains en masse les plus importants après carbonatation sont attribués aux échantillons qui disposent de plus de réserves en portlandite, et donc potentiellement de carbonates formés.

La figure 3.14 confirme l'hypothèse que l'ajout de filler calcaire contribue à la formation de portlandite complexe par réaction avec le  $\text{C}_3\text{S}$  et  $\text{C}_3\text{A}$  (ch. 2 §4) en plus de ce que le ciment portland pourra en produire seul.

Nous observons aussi sur la figure 3.14 que le béton BO4 conserve un poids presque identique après 2 jours de carbonatation accélérée, il n'y a donc pas assez de gain de masse par formation de calcite, à cause de l'indisponibilité de la portlandite. C'est un béton à très faible teneur en ciment.

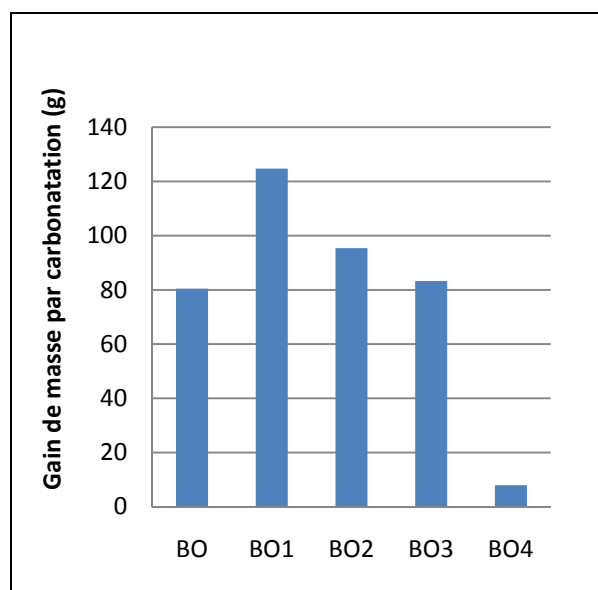


Figure 3.14 Gain de masse après 2 jours de carbonatation accélérée.

## 3.8. CARBONATATION NATURELLE

### 3.8.1. Carbonatation naturelle des bétons

Deux échantillons de  $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$  issus de chacune des cinq formulations sont exposés à l'air libre, sous les conditions climatiques de la ville de Tlemcen, après maturation de 28 jours dans l'eau.

Nous avons choisi deux échéances pour estimer la progression de la carbonatation, 9 mois et 20 mois.

Pour la mesure de la profondeur carbonatée à ces deux échéances, les zones carbonatées sont mises en évidence à la phénolphthaléine : les photos des sections des éprouvettes sont présentées sur la figure 3.15. Les profondeurs carbonatées sont déterminées de la même manière que pour la carbonatation accélérée (selon le mode opératoire AFPC-AFREM) et les résultats sont confrontés avec ceux issus de l'essai accéléré sur la figure 3.16.



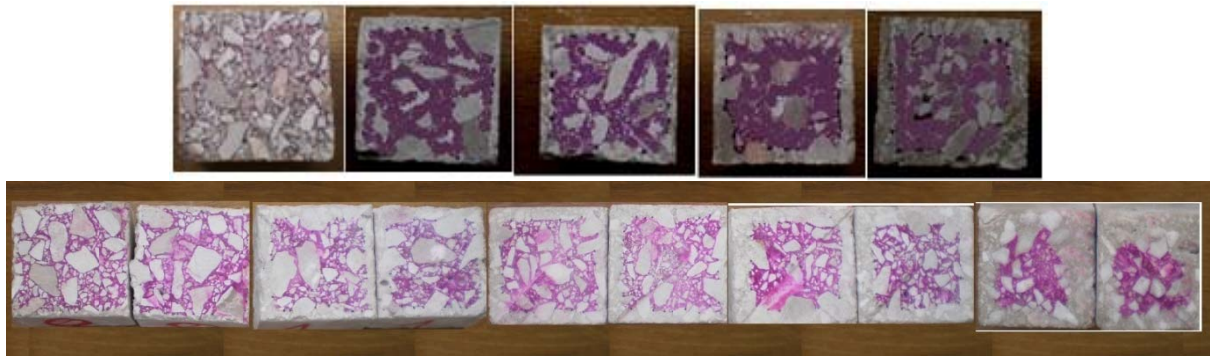


Figure 3.15 Carbonatation naturelle à 9 mois (1<sup>ère</sup> ligne) et 20 mois (2<sup>ème</sup> ligne) sur les bétons BO, BO1, BO2, BO3 et BO4.

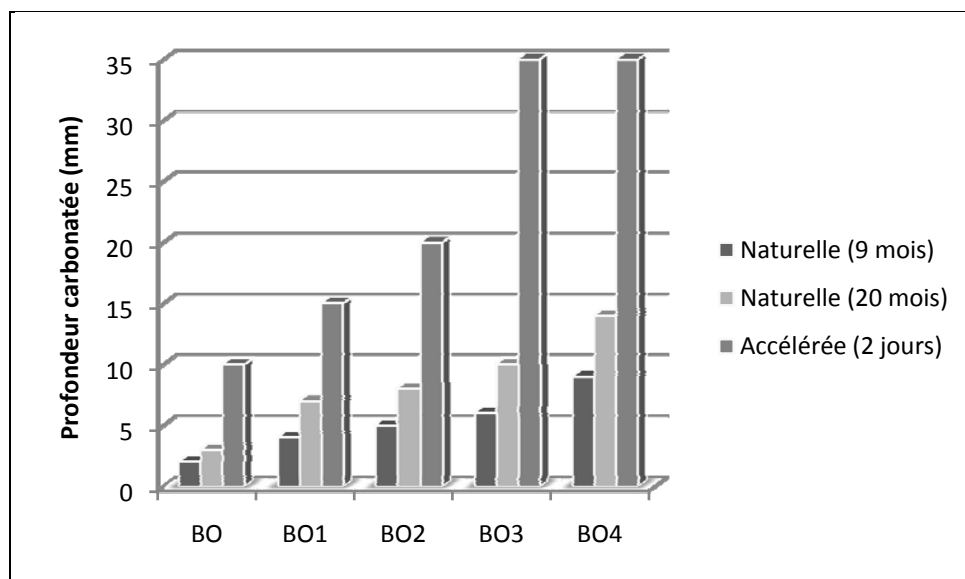


Figure 3.16 Profondeurs de carbonatation naturelle et accélérée.

### 3.8.2. Comparaison carbonatation naturelle et accélérée

La comparaison des résultats de carbonatation naturelle et accélérée montre une cohérence globale des deux essais. Nous avons observé l'effet d'une carbonatation naturelle réalisée dans les conditions d'exposition naturelle durant 2 échéances : 9 mois et 20 mois pour les cinq échantillons de béton.

Nous savons que l'évolution de l'épaisseur carbonatée suit une loi en racine carrée du temps. Pour nos bétons, les profondeurs mesurées dans le temps pour les échantillons BO, BO2 et BO4 confirment cette hypothèse puisque l'allure des droites convergent vers le même point origine nulle (cf. figure 3.17). Cependant les échantillons BO1 et BO3 ne forment pas en toute rigueur un segment de droite. Cette observation semble trouver appui dans quelques données expérimentales de la littérature. Baron et Ollivier (1992) pensent que la fluctuation dans les courbes est liée au degré de précision des mesures expérimentales et à la subjectivité de l'appréciation du virage coloré.

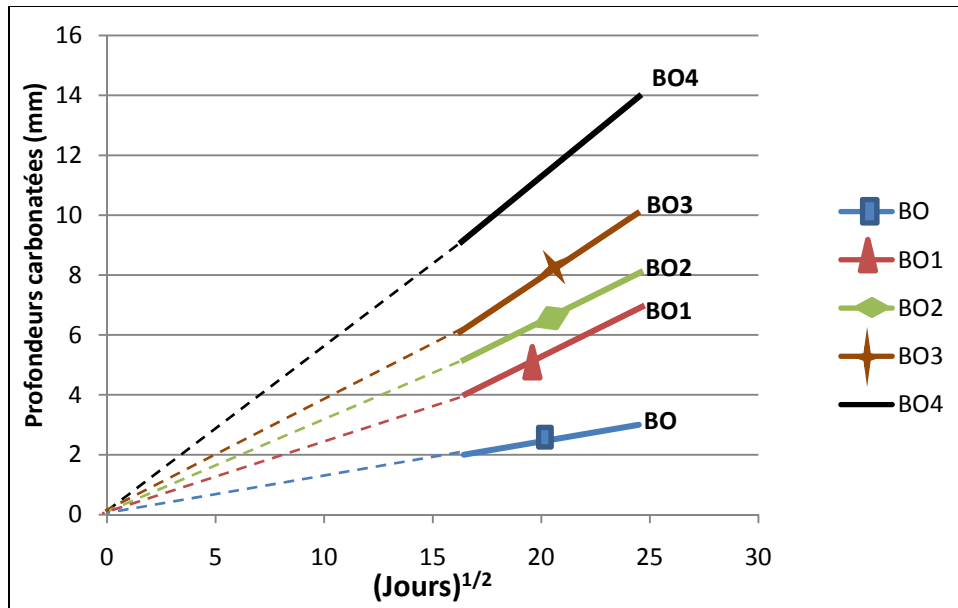


Figure 3.17 Profondeur de carbonatation mesurée par projection de phénolphthaléine sur les bétons d'étude (exposition naturelle)

La figure 3.18 montre la relation des deux tests de carbonatation, naturelle et accélérée. D'après la tendance relevée pour la corrélation entre carbonatation accélérée et naturelle, la pente de la droite atteint la valeur de 5 pour l'échéance de 9 mois. Cette valeur diminue au fur et à mesure que l'échéance augmente dans le temps. Il prend la valeur de 3 pour l'échéance de 20 mois. Il est intéressant de continuer les essais naturels jusqu'à l'obtention d'une pente égale à 1 en vue de déterminer l'équivalence en temps de l'essai accéléré (50% de CO<sub>2</sub>) par rapport à la réalité.

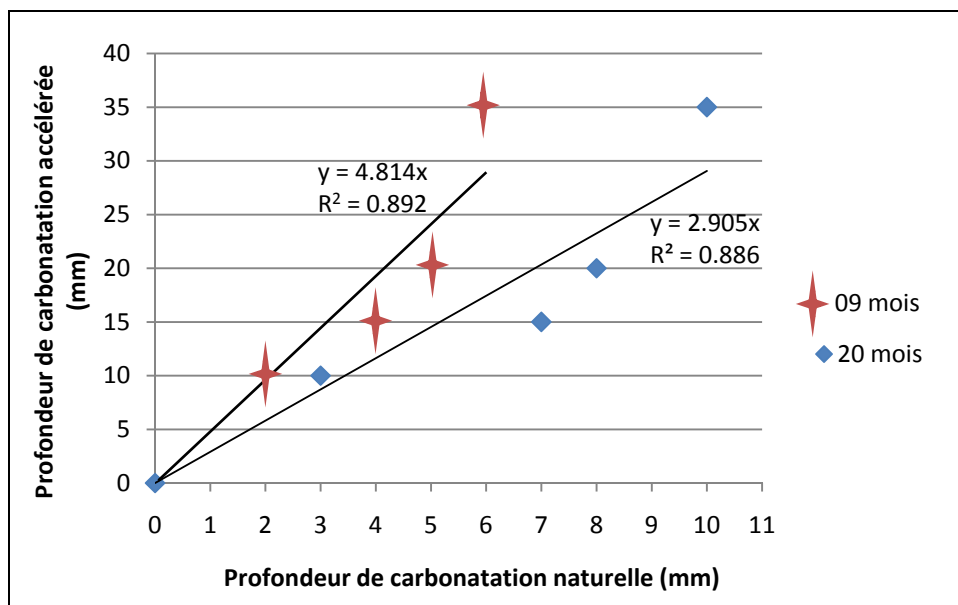


Figure 3.18 Profondeur de carbonatation accélérée et naturelle.

Si nous réalisons l'approximation selon laquelle la profondeur de carbonatation progresse selon une loi en racine carrée du temps ( $X_c (m) = A \sqrt{t(s)}$ ), nous pouvons donc proposer une « loi de passage » entre l'essai de carbonatation accéléré et la carbonatation naturelle avec les résultats des profondeurs obtenus lors des différents essais, nous obtenons donc :

- Pour le béton de contrôle BO :

$$\text{En essai accéléré : } X_c = 2,41 \cdot 10^{-5} \sqrt{t} \quad (3.7)$$

$$\text{Pour la carbonatation naturelle : } X_c = 4,14 \cdot 10^{-7} \sqrt{t} \quad (3.8)$$

Ainsi, nous obtenons un facteur d'accélération indiquant que 2 jours de carbonatation accélérée correspondraient à 18 ans d'exposition naturelle.

- Pour le béton de contrôle BO2 :

$$\text{En essai accéléré : } X_c = 4,81 \cdot 10^{-5} \sqrt{t} \quad (3.9)$$

$$\text{Pour la carbonatation naturelle : } X_c = 1,05 \cdot 10^{-6} \sqrt{t} \quad (3.10)$$

Pour cet échantillon, nous obtenons un facteur d'accélération indiquant que 2 jours de carbonatation accélérée correspondraient à 11 ans d'exposition naturelle.

Il est évident que le calcul d'un tel facteur d'accélération et l'établissement de ces lois de passage sont propres aux conditions de carbonatation accélérée, puisqu'ils dépendent fortement :

- du mode opératoire de carbonatation accélérée, de l'humidité ambiante de l'enceinte de carbonatation et de la concentration en  $\text{CO}_2$  qui y règne, ainsi que du protocole de prétraitement ;
- des conditions hydriques imposées au niveau de l'exposition naturelle ;
- de la porosité et de l'état d'hydratation du béton.

### 3.9. CONCLUSION

La porosité ouverte tend à augmenter avec la quantité d'addition de filler introduite en substitution du ciment. Ceci permet de conclure que la contribution de l'addition au remplissage de la porosité initiale des mortiers ou des bétons est inférieure à celle d'un volume égal de ciment. En revanche, la contribution du couple ciment-addition au remplissage de la porosité initiale est généralement supérieure à celle attendue lorsque l'addition ne manifeste aucune interaction avec l'hydratation du ciment. Ceci indique que la substitution du ciment par ces additions de filler calcaire, tout en réduisant globalement le volume des produits hydratés remplissant la porosité initiale du mortier, contribue favorablement à ce remplissage par effets physico-chimique, microstructural et éventuellement chimique. La contribution des additions au remplissage de la porosité initiale est d'autant plus importante que la quantité d'addition introduite est importante.

Les résultats confirment que le rapport E/C, qui est un paramètre de formulation du béton gouvernant la porosité, joue un rôle important sur la vitesse de carbonatation : plus E/C est élevé, plus la cinétique de carbonatation est élevée. Ceci est attribué directement au rôle joué par la porosité. Nous observons d'ailleurs que la porosité totale est le paramètre le plus pertinent pour déterminer les cinétiques de carbonatation. Cela signifie que la cinétique des différents processus impliqués dans la carbonatation est fonction d'une seule grandeur macroscopique, même si celle-ci regroupe à de plus petites échelles, de nombreux paramètres plus pertinents encore, comme la distribution de la taille des pores, la répartition et l'accessibilité de la portlandite.

Le type de ciment joue aussi un rôle majeur. En effet, des études ont confirmées que les bétons à base de CEM II, disposant d'une plus faible teneur en portlandite, se carbonatent plus vite que les bétons à base de CEM I. La compensation de la portlandite par l'effet filler

calcaire réagissant avec le  $C_3A$  du ciment n'est toutefois pas suffisante pour pallier à cette carence.

Si nous comparons maintenant les deux essais de la carbonatation naturelle et la carbonatation accélérée, nous remarquons que pour les mêmes conditions d'exposition, le béton de contrôle mettra plus de temps à se carbonater que le béton avec addition calcaire, ce qui confirme là aussi l'effet des additions et de la macroporosité. Le taux important des fines a donc une influence directe sur la carbonatation. Nos résultats rejoignent ceux de [Katz A. et col., 2006] qui a trouvé que l'effet de la carbonatation s'accélère d'une façon significative lorsque les additions sont très fines.

# CONCLUSION GENERALE

La corrosion des armatures est une des principales causes responsable de la dégradation à long terme des structures en béton armé. Exposé à l'air ambiant, au-delà d'un certain temps, la carbonatation naturelle du béton peut conduire à l'amorçage et au développement de la corrosion des armatures. Cependant, les normes, les recommandations et les règles de l'art permettent d'assurer la qualité du béton et contribuent à sa durabilité.

Nous avons jugé opportun d'avoir un regard sur le béton que nous réalisons et voir quel est son comportement face à cette maladie et s'il protège efficacement dans le temps, les armatures contre la corrosion.

Dans le cadre d'une démarche performantielle, l'objectif principal de l'étude élaborée était d'évaluer la longévité potentielle d'un béton ordinaire BO exposé à la carbonatation et de pouvoir comparer cette longévité aux quatre compositions de bétons additionnés de filler calcaire à des taux croissants, BO1 à BO4. La profondeur carbonatée a été évaluée sur des éprouvettes prismatiques, sur chaque type de béton, après 2 jours d'essai accéléré, à l'issue d'un préconditionnement et à un taux de 50% de CO<sub>2</sub> et 65% d'humidité relative HR, et après 9 mois puis 20 mois d'exposition naturelle. Pour compléter cette étude, des paramètres ont été mesurés pour être étudiés tels que la résistance à la compression et la porosité accessible à l'eau, considérée comme indicateur de durabilité.

A un taux de substitution maximal de 20% de ciment par une importante quantité de filler calcaire, selon le concept du coefficient k, le béton BO2 conserve sa résistance en compression au dessus de la classe d'exposition XC3-XC4 considéré, de 25 MPa, exigé par la plus part des organismes de la construction en Algérie.

Cette diminution d'une certaine proportion de ciment, qui devrait normalement abaisser la valeur de la résistance à la compression est compensée par l'effet du filler calcaire qui réagit avec la cérite du ciment portland pour former des carboaluminates de calcium hydraté qui offrent par eux-mêmes une certaine capacité liante. En plus d'une légère baisse de la résistance en compression par rapport au béton de contrôle, apparaît une augmentation de la porosité capillaire de part l'ajout de filler calcaire. Cette augmentation de la porosité entraîne une augmentation de la profondeur de carbonatation. Ceci est du essentiellement à la teneur limitée en portlandite, à cause d'une part de la diminution de la quantité de ciment pour substitution et d'autre part de l'utilisation d'un CEM II/A 32.5.

Nous avons constaté une augmentation de la profondeur carbonatée au fur et à mesure que le taux de filler calcaire augmente. Une loi de passage nous a permis de confirmer cette progression.

A ce stade de l'étude, nous pouvons conclure que le concept de performance n'a pas été observé pour les bétons additionnés de filler calcaire comparé au béton ordinaire de contrôle. En effet, pour des conditions d'agressivité sévères, il n'est pas recommandé d'utiliser une formulation de béton à base de ciment composé (CEMII). Cependant, nous avons mis au point un béton qui pourrait trouver son emploi dans le domaine de la construction à un taux de substitution de 20% de ciment par un rapport A/A+C égal à 50% de filler calcaire dont la résistance caractéristique en compression reste supérieure à 25MPa ; mais dont la durabilité à long terme n'est pas assurée. Aussi, un des atouts des fillers calcaires est qu'il permettrait d'obtenir une texture plus fine et donc une meilleure qualité de parement.

Pour ce qui est de la durabilité, si nous voulons utiliser des ciments composés ou des liants à fortes charges minérales, l'adjuvantation jouera un rôle majeure, ce qui nous amènera à diminuer le rapport E/C et par conséquent la porosité. L'une de nos perspectives est la réalisation d'une campagne expérimentale pour la vérification de ces résultats qui s'ils s'avèreraient concluants, nous aurions réussi à diminuer un peu la pression actuelle sur les ressources en énergie et en matières premières.

# BIBLIOGRAPHIE

AFPC-AFREM, " Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité ", Compte-rendu des journées techniques, Toulouse, 11 et 12 décembre, 1997 ;

(AFNOR, 2002) ; AFNOR, « Béton et constituants du béton », Tome 2 : Méthodes d'essai du béton, 5e édition, Paris, 510 p. 2002;

[Al Hajjar, 2008] Al Hajjar H., « Applicabilité et efficacité d'une protection galvanique aux aciers de précontrainte », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, LMDC, 2008 ;

[Atkins & de Paula, 2006] Atkins P. & de Paula J., "Atkins's physical chemistry", Oxford University Press, 8<sup>ème</sup> édition, Oxford, United Kingdom, 1097 p., 2006 ;

[Baroghel-Bouny, 2004] Baroghel-Bouny V., « Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages, Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction, Etat de l'art et Guide pour la mise en œuvre d'une approche performantielle et prédictive sur la base d'indicateurs de durabilité », Association Française de Génie Civil, 2004;

[Baroghel-Bouny & Perrin, 1997] Baroghel Bouny V. & Perrin B.C.L., « Détermination expérimentale des propriétés hydriques des pâtes de ciment durcies. Mise en évidence des phénomènes d'hystérésis » Materials and Structures 30 (200): 340-348, 1997 ;

[Baroghel-Bouny, 1994] Baroghel-Bouny V. « Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances», Thèse de doctorat, école nationale des ponts et chaussées, France, juin 1994;

[Baroghel-Bouny 1994] Baroghel-Bouny V. "Caractérisations des pâtes de ciment et des bétons: méthodes, analyses, interprétations », Ouvrage issu de sa thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, Edition ECPC, 1994;

[Baron et col., 1996] Baron J., Ollivier J.P. « Les bétons : Bases et données pour la formulation », ATILH, Paris, Eyrolles edition, 1996 ;

[Baron, Ollivier, 1992] Baron J., Ollivier J.P., "La durabilité des bétons", Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, p. 453, 1992,.

[Benachour et col., 2008] Benachour Y., Skoczylas F., Houari H., « Etude expérimentale des mortiers fortement chargés en filler calcaire », Sciences et Technologie B, N°28, Décembre, pp. 53-59, 2008;

[Bessa, 2004] Bessa Badreddine A., « Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers », Thèse de doctorat, Université Cergy-Pontoise, France, Juin, 2004;

[Boukli Hacène, 2010] Boukli Hacène S.M.A., « Contribution à l'étude de la résistance caractéristique des bétons de la région de Tlemcen », Thèse de Doctorat, Université de Tlemcen, Algérie, p. 194, Janvier, 2010 ;

[Boukli Hacène et col, 2009a] Boukli Hacène S.M.A., Ghomari F., et Khelidj A., “Compressive Strengths of Concrete Formulated with Algerian Local Materials”, Jordan Journal of Civil Engineering, Volume 3, N° 2, pp.103-117, April, 2009

[Boukli Hacène et col, 2009b] Boukli Hacène S.M.A., Ghomari F., Schoefs F. et Khelidj A., «Etude expérimentale et statistique de l'influence de l'affaissement et de l'air occlus sur la résistance à la compression des bétons », Lebanese Science Journal, Volume 10, N° 2, pp.81-100, Octobre, 2009.

[Burden, 2006] Burden D., “The durability of concrete containing high levels of fly ash”, Ph.D. Thesis, University of New Brunswick, 101 p., 2006.

[Carman 1951] Carman P C.R., “Role of capillarity condensation in physical adsorption”, Nature 67: 112-113, 1951;

[Chang et col., 2004] Chang J.J., Yeih W., Huang R., Tao Chen C., “Suitability of several current used concrete durability indices on evaluating the corrosion hazard for carbonated concrete”, Materials Chemistry and Physics 84, 71-78, 2004;

[Chaussadent, 1999] Chaussadent T. 1999-9, «Etat des lieux et réflexions sur la carbonatation du béton armé», Etudes et recherches des laboratoires des ponts et chaussées, série ouvrages d'art, Septembre 1999;

[Courard, 2010] Courard L., Michel F., Martin M., « Valorisation des fillers calcaires dans la construction et le génie civil », Rapport de recherche, Université de Liège, Belgique, 29 juin, 2010 ;

[Chaussadent et col, 2001] CHAUSSADENT, T., BAROGHEL-BOUNY, V., RAFAI, N., AMMOUCHE, A. et HORNAIN, H. (2001). « Influence du rapport  $E/C$  sur l'hydratation, la microstructure et les déformations endogènes de pâtes de ciment durcies ». *Revue Française de Génie Civil*, 5(2/3):217-230 ;

[Chloup, 1996] Chloup-Bondant M., « Etude des mécanismes réactionnels dans l'hydratation des silicates et aluminates tricalciques en présence d'un filler calcaire », Thèse présentée pour l'obtention du titre de Docteur de l'université HENRI POINCARÉ, NANCY I en science et génie des matériaux, 9 janvier 1996 ;

[Dak., 2009] Dakhmouche Chabil F.Z., «Carbonatation des bétons adjuvantés à base de ressources locales algériennes», Thèse en cotutelle pour l'obtention du grade de docteur de l'université d'Orléans et de l'Université Mentouri de Constantine, décembre, 2009 ;

[Delmi, 2004] Delmi M., «Etude de l'hydratation et du couplage carbonatation-échanges hydriques dans les mortiers et bétons » Thèse de Doctorat, Université de la Rochelle, 2004;

[Dunster, 1989] Dunster, A. M., “An investigation of the carbonation of cement paste using trimethylsilylation”, Advances in Cement Research 2 (7): 99-106, 1989;

[Dheilly et col, 1996] Dheilly R. M. & Todu J., “Etude du système  $CaO-H_2O-CO_2$  pour un stockage optimal de la chaux », Ciments, Bétons, Plâtres, Chaux 3 (820): 1 61-1 64, 1996;



[Drouet, 2010] Drouet E., «Impact de la température sur la carbonatation des matériaux cimentaires – prise en compte des transferts hydriques », Thèse de doctorat, école normale supérieure de Cachan, France, novembre, 2010;

[Duval, 1992] Duval R., «La durabilité des armatures et du béton d'enrobage dans la durabilité des bétons », Collection de l'ATHIL, Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 492 p., 1992 ;

[Fattuhi, 2008] Fattuhi N.I. “Concrete carbonation as influenced by curing regime”, Cement and Concrete Research, 18(3):426-430, 1988;

[Gregg et Sing, 1982] Gregg S.J. & Sing K.S.W., “Adsorption, surface area and porosity”, 2<sup>nd</sup> Edition, Académie Press, London, United Kingdom, 1982;

[Guillon, 2004] Guillon E., «Durabilité des matériaux cimentaires –Modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles », Thèse de doctorat, ENS Cachan/ CNRS/ Université Paris 6, France, 2004 ;

[Houst et Wittmann, 1994] Houst Y.F. et Wittmann F.H., “Influence of porosity and water content on the diffusivity of  $CO_2$  and  $O_2$  through hydrated cement paste”, Cement and Concrete Research, 24(6):1165-1176, 1994;

[Hyvert, 2009] Hyvert N., « Application de l'approche probabiliste à la durabilité des produits préfabriqués en béton », Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse III, France, avril, 2009 ;

[Hyvert et col., 2010] Hyvert N., Sellier A., Duprat F., Rougeau P. & Francisco P., “Dependency of C-S-H carbonation rate on  $CO_2$  pressure, to explain transition from accelerated tests to natural carbonation”, Cement and Concrete Research 40 (11): 1582, 2010 ;

[Ishida et col, 2007] Ishida T., Maekawa K. & Kishi T., Enhanced modeling of moisture equilibrium and transport in cementations materials under arbitrary temperature and relative humidity history”, Cement and Concrete Research, 37 (4): 565-578, 2007;

[Katz A. et col., 2006] Katz A., Baum H. , “Effect of high levels of fines content on concrete properties”, ACI Materials journal, November – December, 2006;

[Larrard, 1999] de Larrard F., « Structures granulaires et formulation des bétons », laboratoire central des ponts et chaussées, ouvrage d'art OA 34, 1999;

[Liu et col., 2001] Liu L., Ha J. & Hashida T., « Development of a  $CO_2$  solidification method for recycling autoclaved lightweight concrete waste”, Journal of Materials Science Letters 20 (19): 1791-794, 2001;

[Mainguy *et col.*, 1999] Mainguy M., Coussy O. et Eymard R., « Modélisation des transferts hydriques isothermes en milieu poreux - Application au séchage des matériaux à base de ciment », Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 1999;

[Ngala et Page, 1997] Ngala V. T. et Page G. L., « Effects of carbonation on pore structure and diffusional properties of hydrated cement pastes », *Cement and Concrete Research*, 27(7):995-1007, 1997.

[Nischer, 1984 ] Nischer P., « Effect of environment and concrete quality on carbonation », *Betonwerk + Fertigteil-Technik*, n°11, pp. 752-757, 1984;

[Olivier et col. 2007] Olivier G., Vilain G., Cochet D., Berga P., Left J., « Carbonatation accélérée des bétons : nouvelles procédures de préconditionnement et d'essai proposées par les LPC », 2007 ;

[Ounoughi et col, 2000] Ounoughi K., Baroghel-Bouny V., Gawsewitch J., Chaussadent T. & Croquette G., « Influence du rapport eau/ciment, du type de ciment et de la microstructure sur la carbonatation des bétons », (éd.), Journées "Durabilité", Bordeaux - CETE du sud-ouest, 8 et 9 mars, 2000;

[Oxand, 2002] Oxand, solutions for durability, fiche technique- corrosion des armatures-carbonatation, 2002 ;

[Papadakis et col, 1992b] Papadakis, V. G., Vayenas, C. G. & Fardis, M. G. 1992b, «Effect of composition, environmental factors and cement-lime mortar coating on concrete carbonation», *Materials and Structures* 25 (293-304).

[Papadakis et col, 1991a] Papadakis, V.G., Vayenas, C.G. & Fardis, M.G., “Fundamental Modeling and Experimental Investigation of Concrete Carbonation”. *Materials Journal* SQ (4): 363-373, 1991;

[Papadakis et col., 1991b] Papadakis V.G., Vayenas C.G. et Fardis M.N., “Physical and chemical characteristics affecting the durability of concrete”, *Am. Concr. Inst. Mater. J.*, 88(2):186-196, 1991;

[Parrott, 1987] Parrott L.J., «A review of carbonation in reinforced concrete », *Cement and Concrete Association*, 41 pages, 1987;

[Perraton, 1992] Perraton D., Aïtcin P. et Carles-Gibergues A., “Permeability as seen by the researcher”, Chapter High Performance Concrete (from Material to Structure), pages 252-275. Chapman and Hall, Cambridge, UK, 1992;

[Plummer et col., 1982] Plummer, L. N. & Busenberg, E., “The solubilities of calcite, aragonite and vaterite in CO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O solutions between 0 and 90° C, and an evaluation of die aqueous model for die System CaCO<sub>3</sub>- CO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O”. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 46 (6): 1011-1040, 1982;

[Plummer et col, 1978] Plummer, L. N., Wigley, T. M. L. & Parkhurst, D. L. 1978, “The kinetics of calcite dissolution in CCVwater. Systems at 5° to 60°C and 0.0 to 1.0 atm CO<sub>2</sub>. *American Journal of Science* 278:179-216.

[Powers, 1962] Powers, T. C., “A hypothesis on carbonation shrinkage”. *J. Res. Dev. Portld. Cem. Ass.*, 4(2) : 40-50, 1962 ;

[Rafaï et col., 2000] Rafaï N., Baroghel Bouny V., Hornain H., Villain G., Platret G. et Chaussadent T., «Mesures comparatives du taux de carbonatation de pâtes de ciment, mortiers et bétons», Transferts2000, Séminaire scientifique de clôture du thème de recherche Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages, Paris, Grande Arche de la Défense, pp.79-96, 6 et 7 avril, 2000;

[Regourd M., Hornain H., 1975] Regourd M., Hornain H., «Applications de la microscopie électronique à balayage », *Revue des matériaux de construction*, n° 693, p. 73-87, 1975;

[Rozière, 2007] Rozière E., « Etude de la durabilité des bétons par une approche performantielle », Thèse de doctorat, Ecole centrale de Nantes, France, 2007 ;

[Roy et col, 1999] Roy S. K., Poh K. B. & Northwood D.O., “Durability of concrete accelerated carbonation and weathering studies”. *Building and Environment* 34 (5): 597-606, 1999;

[Thiery, 2005] Thiery M., « Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires, Prise en compte des effets cinétiques et des modifications microstructurales et hydriques », Thèse de doctorat de l'école nationale des ponts et chaussées, septembre 2005;

[Thiery, 2000] Thiery Michaël, «Etude de la durabilité liée aux transferts gazeux pour deux bétons très différents», Rapport technique, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, division Bétons et Composites Cimentaires, 2000;

[Tuutti, 1982] Tuutti, K., “Corrosion of steel in concrete”, Swedish Cement and Concrete Research Institute, Stockholm, 1982.

[Venuat, 1978] Venuat M., “Relation entre la carbonatation du béton et les phénomènes de la corrosion des armatures du béton», *Annales de l'ITBTP*, 364, 42-47, 1978;

[Venuat et Alexandre, 1968a] Venuat M., Alexandre J., «De la carbonatation du béton», Publication du CERILH, n°638, pp. 421-427, 1968 ;

[Verbeck et col, 1968] Verbeck G.J., Helmuth R., « Structure and physical properties of cement paste”. Fifth International Symposium on the Chemistry of Cement, Tokyo, part III, pages 1–32, 1968.

[Verbeck, 1958] Verbeck, G. 1958, “Carbonation of hydrated Portland Cement”, *ASTM Special Publication* (205). 1 7-36;

[Yoon et col, 2007] Yoon, I.S., Copuroglu, O. & Park, K.B., “Effect of global climatic change on carbonation progress of ettringite”, *Advances of cement research* 12 (3): 131-136, 2007;

[Younsi et col, 2010] Younsi A., Turcy Ph., Ait-Mokhtar A., « Durabilité des écobétons : étude de la carbonatation », colloque ConMad, école centrale de Nantes, France, 05-11-2010;