

Vieillessement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI^e siècle

III – Propriétés de durabilité des bétons mesurées sur éprouvettes conservées en laboratoire

Véronique BAROGHEL-BOUNY

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

Sylvie ARNAUD

Laboratoire régional des Ponts et Chaussées de Lyon

Dominique HENRY*

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

Myriam CARCASSES

INSA-UPS, Toulouse

Daniel QUENARD

Centre scientifique et technique du bâtiment, Grenoble

RÉSUMÉ

Une campagne expérimentale sur plusieurs années a été entreprise sur des éprouvettes conservées en laboratoire et sur des corps d'épreuve vieillissant en milieu naturel, afin de caractériser, du point de vue de la durabilité, une gamme de 15 bétons allant du B20 au B120. Ce programme s'inscrit dans le cadre du sous-thème « Étude expérimentale sur sites de vieillissement » du thème « Durabilité » du Projet National BHP 2000 et de l'Opération de Recherche des LPC « Durabilité du béton armé et de ses constituants : maîtrise et approche performantielle ».

Cet article est le troisième de la série intitulée « Vieillessement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI^e siècle ». Il rassemble les résultats expérimentaux obtenus lors des essais réalisés en laboratoire sur éprouvettes âgées de 28 jours et concernant la perméabilité aux gaz, le coefficient de diffusion apparent des chlorures, le coefficient d'absorption capillaire et la résistance aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels. Pour chaque niveau de résistance des bétons testés, l'influence des paramètres de formulation a notamment été étudiée. En outre, les classements des 15 formules de béton, établis sur la base des différentes propriétés de durabilité mesurées, ont été comparés.

Les résultats expérimentaux confirment la meilleure aptitude des BHP sans air entraîné à limiter les transferts gazeux ou ioniques au sein du matériau, comparativement aux bétons ordinaires. Vis-à-vis de la résistance aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels, il est nécessaire d'atteindre la gamme supérieure des bétons à très hautes performances ($100 < f_{c28} \leq 150$ MPa et $0,20 \leq E/C < 0,32$) pour assurer un bon comportement sans qu'il soit nécessaire de respecter les spécifications sur le facteur d'espacement des bulles d'air. Ain si, dans la série des 15 bétons étudiés, seul le béton M120FS présente un bon comportement à la fois lors de l'essai de gel-dégel (sans sels) et de l'essai d'écaillage.

Les résultats montrent en outre la complémentarité des indicateurs de durabilité *perméabilité aux gaz* et *coefficient de diffusion des chlorures* pour évaluer la durabilité potentielle des bétons vis-à-vis de la corrosion des armatures. Enfin, en ce qui concerne l'influence des paramètres de formulation, si la diminution du rapport E/C contribue à améliorer les différentes propriétés de durabilité examinées dans cette étude, il s'avère que l'incorporation d'une addition minérale pouzzolanique ou d'un agent entraîneur d'air peut avoir un effet positif ou négatif selon la propriété considérée.

Par ailleurs, des pistes sont proposées pour les travaux futurs, notamment dans la perspective de sélectionner des *indicateurs de durabilité spécifiques au gel*.

DOMAINE : Ouvrages d'art.

ABSTRACT

AGING OF CONCRETES UNDER FIELD EXPOSURE:

A PROJECT FOR THE 21st CENTURY

III: DURABILITY PROPERTIES OF CONCRETES MEASURED ON LABORATORY SPECIMENS

An experimental study has been undertaken on specimens, both stored in laboratory conditions and aging in natural media, over a period of several years; the aim of this study has been to characterize, in durability terms, a range of fifteen concretes extending from B20 to B120. This research program lies within the scope of the subtopic entitled "Experimental studies on field stations" within the "Durability" topic sponsored by the National HPC 2000 Project, in collaboration with the LPC Research Operation under the heading "Durability of reinforced concrete and its constituents: Control and performance-based approach".

This paper is the third in the series entitled "Aging concretes under field exposure: a project for the 21st century" which includes the experimental results obtained from testing conducted in the laboratory on 28-day specimens with respect to gas permeability, apparent chloride diffusion coefficient, capillary absorption coefficient and resistance to freeze-thaw cycles with or without salts. For each level of resistance displayed by these concretes, the influence of mix-parameters has been specifically studied. Furthermore, classifications of the fifteen concrete mix designs, derived on the basis of various measured durability properties, have been compared.

The experimental results have confirmed the enhanced aptitude of HPCs without entrained air in limiting gaseous or ionic transfers within the material, in comparison with ordinary concretes. As regards the resistance to freeze-thaw cycles with or without salts, it is essential to reach the upper range of very high performance concretes ($100 < f_{c28} \leq 150$ MPa and $0.20 \leq W/C < 0.32$) in order to ensure satisfactory behavior while not having to comply with specifications on the air bubble spacing factor. Within the series of 15 concretes, only the M120FS actually exhibits adequate behavior during both the freeze-thaw test (without salts) and the scaling test.

The results demonstrate moreover the complementarity of durability indicators (gas permeability and chloride diffusion coefficient) in assessing the potential durability of concretes from the standpoint of reinforcement corrosion. Concerning the influence of mix-parameters, though the reduction in W/C ratio serves to improve the various durability properties investigated herein, it turns out that incorporating a pozzolanic mineral admixture or air-entraining agent can exert either a positive or negative effect depending on the particular property under consideration.

In addition, a number of leads are proposed for future research work, notably from the perspective of selecting durability indicators specific to frost action.

FIELD: Structural Engineering

* Sous contrat de recherche LCPC-ATILH.

Introduction

La corrosion des armatures est la principale cause de dégradation des ouvrages en béton armé en France [2] ; elle se manifeste par exemple sous la forme d'épaufrures des parements et/ou d'une diminution de la section des aciers. La dépassement des armatures, et de là un éventuel démarrage de leur corrosion, peut être initiée lorsque le front de carbonatation a traversé l'enrobage et atteint le premier lit d'armatures [34]. La dépassement peut également être initiée lorsque la teneur en ions chlorure au voisinage des aciers atteint une valeur critique [11]. Rappelons que la pénétration des chlorures dans le béton résulte d'une exposition à un environnement marin (immersion permanente, cycles d'immersion-séchage, embruns,...) ou à des sels de déverglaçage. La carbonatation entraîne une baisse du pH de la solution interstitielle du béton, tandis que les ions chlorure sont susceptibles d'altérer la couche protectrice d'oxydes et d'hydroxydes de l'acier [70].

Les bétons soumis à des cycles de gel-dégel peuvent également montrer des dégradations importantes (telles que gonflements, fissuration interne, éclatements, etc.) susceptibles de conduire à la mise hors-service d'un ouvrage. En outre, sous cycles de gel-dégel, le salage des chaussées est à l'origine de l'écaillage des surfaces de piles de ponts, de séparateurs, de corniches ou de bordures de trottoir par exemple. Les dégradations dues au gel, en présence éventuellement de sels, s'expliquent classiquement par des pressions ayant différentes origines, mais dont les effets sont probablement couplés :

- les pressions hydrauliques dans les pores capillaires, générées par l'augmentation de volume de la phase interstitielle lors de la formation de glace [66],
- les pressions osmotiques induites par les mouvements de l'eau des pores des hydrates vers les zones très concentrées en ions, incluses dans les pores capillaires dont la phase interstitielle est partiellement gelée [67],
- les pressions résultant du transfert de vapeur d'eau des pores des hydrates vers la glace des pores capillaires dont la phase interstitielle est entièrement gelée [54].

Outre les gradients locaux induits par des différences de taille des vides et de taux de saturation, des gradients apparaissent également à l'échelle macroscopique lorsque la surface de l'élément de structure est soumise à des cycles d'humidification-séchage, notamment en présence de sels. Ces gradients créent des contraintes différentielles et donc une fissuration. Ils favorisent et accélèrent les dégradations.

Ces deux exemples (corrosion des armatures et dégradations dues au gel) illustrent d'une part que, dans la plupart des cas, la durabilité est liée à l'aptitude du matériau à résister à la pénétration d'agents agressifs externes, et d'autre part, que tout mécanisme de dégradation, même interne au béton, fait intervenir un processus de transport, au moins d'eau et éventuellement d'ions ou de gaz. Les propriétés de transport du béton (perméabilité et coefficient de diffusion) vont donc jouer un rôle clé dans l'évaluation et la prévision de la durabilité des ouvrages en béton armé. En ce qui concerne la corrosion des armatures, c'est le transport de l'eau, du dioxyde de carbone, de l'oxygène, et éventuellement des ions chlorure s'ils sont présents, qui entrent en jeu. Dans le cas du gel, ce sont les transferts hydriques locaux (voire macroscopiques), induits par les gradients de pression partielle de vapeur d'eau ou de concentration ionique qui interviennent.

Dans le cadre d'une démarche performantielle, la comparaison et le classement de formules de béton, de même que l'établissement de spécifications relatives à la durabilité, sont effectués sur la base de ces propriétés de transport [2]. De plus, la mise en œuvre de modèles de prédiction de la durée de vie des structures implique d'introduire ces paramètres en tant que données d'entrée. Il apparaît donc essentiel de pouvoir déterminer ces paramètres, que l'on peut qualifier d'*indicateurs de durabilité*, de façon fiable et précise par des essais menés en laboratoire sur éprouvettes et en conditions bien définies. Il s'agira ensuite de vérifier que les valeurs ainsi déterminées, assorties des conditions environnementales de la structure considérée, permettent effectivement de prévoir la durée de vie de cette dernière. Néanmoins, dans le cas du gel, la prédiction du comportement des matériaux (et des structures) nécessite de compléter le panel d'indicateurs généraux [2], dans lequel figurent les propriétés de transport (perméabilité et coefficient de diffusion), par des indicateurs plus *spécifiques*.

De nombreuses études et recherches ont été menées depuis plusieurs années sur le comportement au gel des bétons. Des travaux synthétisant les connaissances actuelles sur le sujet ont d'ailleurs été publiés récemment [56], notamment sur les mécanismes liés à la formation des cristaux, de façon

générale [33], [75], ou directement appliquée au gel des matériaux à base de ciment, en particulier en présence de sels [53], [47]. Ces synthèses s'appuient sur des recherches déjà anciennes relatives à la thermodynamique de formation de la glace dans les milieux poreux en présence d'eau adsorbée ([36], [29], par exemple), tout en apportant des éclairages nouveaux. Du point de vue expérimental, ces travaux (voir par exemple [73], [26]) mettent en particulier en évidence l'apport des techniques de microcalorimétrie à basse température [30], à condition toutefois de prendre les précautions nécessaires pour une interprétation correcte des résultats [47]. Des explications au phénomène d'hystérésis, constaté expérimentalement entre la formation et la fonte de la glace, sont ainsi proposées. Elles mettent en avant le rôle des processus de germination et de surfusion en conditions saturées [47], [26], en plus de celui de la dimension et de la forme des pores [37] et du rayon hydraulique [30], [76], pour expliquer la formation de glace à des températures très basses. Du point de vue théorique, une approche fondée sur la thermodynamique des processus irréversibles [64] semble pertinente pour la compréhension des phénomènes. Des modèles ont d'ailleurs d'ores et déjà été développés sur cette base [87]. Les recherches actuelles s'orientent vers la compréhension des transitions de phase liquide/solide dans les milieux mésoporeux (tels que les matrices cimentaires) sous les deux aspects de la thermodynamique d'équilibre et de la dynamique de ces transitions.

Cependant, bien que les auteurs soient à peu près tous d'accord sur certains des paramètres influençant le comportement au gel, de même que sur la nécessaire présence de sels pour générer de l'écaillage sur les surfaces de béton, tout n'est pas clairement expliqué ou démontré. De plus, de nombreux phénomènes peuvent intervenir et interagir en situation réelle. On peut citer, par exemple, le choc thermique provoqué par la fusion des lentilles de glace, ou encore la pénétration de chlorures et/ou de sulfates dans le béton, au moment du contact avec des sels de déverglaçage. De même, l'examen des résultats des essais accélérés normalisés (sur lesquels sont fondées l'évaluation et la qualification des formules de béton, cf. § « Évaluation de la résistance aux cycles de gel-dégel » p. 21) réalisés sur des bétons à hautes performances (BHP) met en évidence un comportement souvent variable, sans que l'on sache systématiquement en expliquer les raisons. Tout cela confirme que l'on est encore loin de pouvoir proposer une démarche prédictive en matière de résistance au gel, notamment en présence de sels. En particulier, le panel des indicateurs de durabilité spécifiques au gel précédemment évoqués reste encore à définir. On notera toutefois qu'en présence d'air entraîné, les caractéristiques du réseau de bulles d'air peuvent être considérées comme des indicateurs pertinents vis-à-vis de la durabilité au gel interne. Outre les investigations plus approfondies qu'il semble nécessaire de mener en laboratoire, les résultats des essais accélérés méritent d'être confrontés à des données obtenues *in situ* à long terme. Ces éléments seront indispensables pour identifier clairement les spécificités des BHP et pour permettre une formulation (avec peu ou pas d'entraîneur d'air) et une utilisation adéquates de ces bétons dans les environnements avec risques de gel.

Dans ce contexte, le réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées, en liaison avec le projet national BHP 2000, a lancé en 1996 une campagne expérimentale sur plusieurs années. Ce programme a pour objet de caractériser, notamment du point de vue de la durabilité, une gamme de 15 bétons dont les résistances moyennes à la compression varient de 20 à 125 MPa [18]. Les propriétés des 15 bétons ont été étudiées sur éprouvettes conservées en laboratoire. L'évolution de ces bétons au cours du temps est également suivie *in situ* sur des corps d'épreuve en béton armé préfissurés, installés sur différents sites de vieillissement naturel.

La caractérisation sur éprouvettes conservées en laboratoire a été effectuée à l'âge de 28 jours à partir d'une large panoplie de méthodes expérimentales. Le programme inclut en effet la détermination de différentes caractéristiques et propriétés des bétons, et notamment les propriétés de transport. Les paramètres mesurés sont les suivants :

- caractéristiques mécaniques,
- caractéristiques porosimétriques,
- paramètres relatifs à la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures :
 - perméabilité aux gaz,
 - coefficient de diffusion des ions chlorure,
 - cinétique de carbonatation en conditions accélérées,
- paramètres relatifs à la résistance aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels :
 - teneur en air et facteur d'espacement des bulles d'air,
 - allongement relatif et fréquence de résonance d'éprouvettes soumises à des cycles de gel-dégel sans sels,

- perte de masse due à l'écaillage (ou masse cumulée d'écaillage) d'éprouvettes soumises à des cycles de gel-dégel en présence de sels,
- paramètres complémentaires :
- densité de microfissures,
- coefficient d'absorption capillaire.

Cette caractérisation a été complétée par un examen de la microstructure au microscope électronique à balayage (MEB).

Deux articles parus dans le Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées, dans la série intitulée « *Vieillessement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI^e siècle* », ont jusqu'à présent été consacrés à cette étude. Les objectifs de l'étude ont été présentés dans le premier article, ainsi que les propriétés rhéologiques et mécaniques des bétons testés [51]. Le deuxième article de la série [19] rassemblait les résultats relatifs à la caractérisation microstructurale des bétons, menée sur éprouvettes en laboratoire, à l'âge de 28 jours après conservation dans l'eau : évaluation de la porosité et de la distribution des tailles de pores, examen de la microstructure au MEB et quantification de la microfissuration.

Le présent article, troisième de la série, rassemble les résultats expérimentaux obtenus lors des essais réalisés en laboratoire sur éprouvettes âgées de 28 jours concernant la perméabilité apparente aux gaz, le coefficient de diffusion apparent des ions chlorure, le coefficient d'absorption capillaire et la résistance aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels. Pour chaque niveau de résistance des bétons testés, l'influence des paramètres de formulation, rapport eau sur ciment (E/C), additions minérales pouzzolaniques (cendres volantes ou fumées de silice et air entraîné, a notamment été étudiée. En outre, les classements des 15 formules de béton, établis sur la base des différentes propriétés de durabilité mesurées, ont été comparés. Une attention particulière a été portée aux BHP.

Formulation et caractéristiques des bétons et des éprouvettes

Neuf bétons ordinaires (que l'on peut également qualifier de « courants » ou encore de « traditionnels », selon les différentes pratiques en vigueur) et six BHP ont été étudiés. La formulation, ainsi que les caractéristiques des bétons et de leurs constituants, sont détaillées dans les deux précédents articles de la série [51], [19]. Elles sont brièvement rappelées ci-après.

Les constituants utilisés sont identiques pour les 15 formules de béton : ciment CEM I 52,5 PM ES CP2 de Saint-Vigor (usine du Havre), cendre volante silico-alumineuse EDF (CV), fumée de silice densifiée de l'usine d'Anglefort (FS), gravillons calcaires concassés du Boulonnais 0/5-5/12,5-12,5/20, sable silico-calcaire de Seine 0/4, superplastifiant (SP), retardateur et agent entraîneur d'air (AEA). Seuls les dosages varient entre les différentes formules (*cf.* tableau I). En particulier, le rapport E/C des formules varie de 0,26 (M120FS) à 0,96 (M25CV). On notera que le choix de granulats identiques pour tous les bétons étudiés permet de s'affranchir de l'effet du paramètre « granulats », notamment sur les propriétés de transport (effet de l'interface pâte-granat, par exemple) et sur le comportement au gel (la gélivité du granulat diffère suivant sa nature).

Les formules de béton choisies prennent en considération les variables suivantes :

- la résistance moyenne à la compression à 28 jours. La gamme étudiée est très large, elle couvre les résistances moyennes visées, notées « M », de 25, 30, 50, 75, 100 et 120 MPa ;
- l'incorporation d'une addition minérale pouzzolanique. Des formules avec cendres volantes, notées CV, ou avec fumées de silice, notées FS, sont étudiées ;
- l'incorporation d'un agent entraîneur d'air pour les bétons de résistance visée inférieure à 100 MPa. Six formules avec agent entraîneur d'air, référencées EA, sont étudiées.

Les résistances moyennes à la compression ($R_{\text{moy}28}$) et les porosités accessibles à l'eau, mesurées à 28 jours, sont rappelées dans le tableau V (*cf.* § « Analyse en fonction de la résistance à la compression » p 25) [19].

Les essais décrits dans cet article sont pratiqués, sauf indication contraire, sur des éprouvettes démoulées à 48 heures et conservées dans l'eau à $T = 20 \pm 2$ °C jusqu'à l'âge de 28 jours, échéance de démarrage de ces essais.

TABLEAU I
Formulation des bétons

Béton	Gravillon calcaire 12,5/20 (kg/m ³)	Gravillon calcaire 5/12,5 (kg/m ³)	Sable calcaire 0/5 (kg/m ³)	Sable silico-calcaire (kg/m ³)	Ciment (kg/m ³)	CV (kg/m ³)	FS (kg/m ³)	Eau d'ajout (L/m ³)	AEA (e.s.) (kg/m ³)	SP (e.s.) (kg/m ³)	Retardateur (e.s.) (kg/m ³)	E/C	E/liant
M25CVEA	586	454	411	405	189	49	0	159	0,54	0,0	0,0	0,84	0,67
M25CV	623	369	456	449	195	48	0	187	0	0,0	0,0	0,96	0,77
M25	619	388	453	446	230	0	0	193	0	0,0	0,0	0,84	0,84
M25EA	574	454	433	427	230	0	0	160	0,31	0,0	0,0	0,70	0,70
M30CV	565	421	443	436	223	95	0	166	0	1,1	1,4	0,74	0,52
M50CVEA	452	422	322	317	428	107	0	192	1,44	0,0	0,0	0,45	0,36
M50EA	477	390	368	364	483	0	0	188	1,32	0,0	0,0	0,39	0,39
M50CV	503	453	408	401	325	79	0	181	0	0,0	0,0	0,56	0,45
M50	509	428	406	400	410	0	0	197	0	0,0	0,0	0,48	0,48
M75FSEA	550	437	414	408	387	0	23	132	0,58	12,9	2,7	0,34	0,32
M75EA	489	443	338	332	557	0	0	151	0,98	14,8	3,9	0,27	0,27
M75	550	475	407	401	461	0	0	146	0	12,4	3,3	0,32	0,32
M75FS	579	465	442	435	360	0	22	136	0	12,0	2,5	0,38	0,36
M100FS	561	488	439	432	377	0	38	124	0	12,5	2,6	0,33	0,30
M120FS	554	437	413	407	470	0	57	124	0	15,6	3,3	0,26	0,23

(e.s.) : extrait sec.

Procédures expérimentales

Détermination de la perméabilité apparente aux gaz

La perméabilité apparente aux gaz des bétons K_{gaz} (m²) a été mesurée directement au perméamètre à charge constante CEMBUREAU [49]. Cet essai a fait l'objet de recommandations en France de la part de l'AFPC-AFREM [8]. L'essai consiste à mesurer en régime permanent le débit de gaz Q (m³.s⁻¹) sortant d'une éprouvette cylindrique à la pression atmosphérique P_0 (Pa), sous l'effet d'une pression P_{adm} (Pa) appliquée en entrée. Le pourtour de l'éprouvette est protégé vis-à-vis des échanges gazeux. Cela assure un écoulement unidirectionnel du gaz. La perméabilité apparente est alors calculée à partir d'une équation (1), combinant la loi de Darcy et l'équation de Hagen-Poiseuille, qui suppose que le flux est laminaire, le fluide compressible et le régime permanent :

$$K_{\text{gaz}} = \frac{2 \times P_0 \times Q \times l \times \mu}{A \times (P_{\text{adm}}^2 - P_0^2)} \quad (1)$$

où

- l : épaisseur de l'éprouvette (m),
- A : section de l'éprouvette (m²),
- μ : viscosité dynamique du gaz (Pa.s).

Pour chaque béton, les mesures ont été effectuées ici sur trois disques Ø 150 × 50 mm (obtenus par carottage et sciage dans des dalles 400 × 400 × 100 mm), suivant le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM [8], [23]. Le gaz utilisé est l'oxygène, à $P_{\text{adm}} = 0,2$ MPa.

La perméabilité d'une éprouvette de béton dépend de la structure poreuse du matériau, de la microfissuration éventuellement présente et de la répartition de la teneur en eau dans l'éprouvette. Pour

déterminer la perméabilité d'un béton, il est donc nécessaire d'une part, de sécher au moins partiellement l'éprouvette destinée à la mesure afin que le gaz puisse percoler à travers cette éprouvette, et d'autre part, de connaître le taux de saturation moyen (ou mieux, la répartition de la teneur en eau) de l'éprouvette au moment de la mesure. Le taux de saturation en eau moyen (s) d'une éprouvette à une échéance donnée (exprimée en %) est défini par la formule (2) [8] :

$$s = \frac{M - M_{\text{sec}}}{M_{\text{sat}} - M_{\text{sec}}} \times 100 \quad (2)$$

où

- M_{sat} : masse de l'éprouvette saturée (kg),
- M : masse de l'éprouvette à une échéance donnée (kg),
- M_{sec} : masse de l'éprouvette sèche (kg).

Les éprouvettes destinées aux mesures de perméabilité sont préconditionnées de la façon suivante : saturation en eau sous vide, puis séchage en étuve ventilée à $T = 80 \pm 5$ °C pendant 28 jours suivi d'un séchage en étuve ventilée à $T = 105 \pm 5$ °C jusqu'à stabilisation de la masse (c'est-à-dire écart inférieur à 0,05 % entre deux pesées espacées de 24 heures, à la précision de 0,01 g) [8].

La perméabilité apparente aux gaz (K_{gaz}) et le taux de saturation moyen (s) ont été déterminés ici, respectivement au perméamètre et par pesées, après 7 et 28 jours de séchage à $T = 80 \pm 5$ °C, ainsi qu'à l'issue du séchage à $T = 105 \pm 5$ °C.

Il est à noter que la perméabilité *apparente* ainsi déterminée dépend de la pression moyenne appliquée. Il est possible de calculer la perméabilité *intrinsèque* du matériau (indépendante de la nature et de la pression du fluide injecté) en réalisant des mesures à différentes pressions d'admission et en effectuant une extrapolation graphique, selon l'approche proposée par Klinkenberg [48], [65], [21].

Détermination du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure en conditions saturées

Le coefficient de diffusion apparent des ions chlorure en conditions saturées peut être quantifié par différentes méthodes. À l'heure actuelle, il n'existe pas de recommandations françaises ou internationales relatives à une procédure unique pour accéder à ce paramètre sur éprouvettes de laboratoire. De ce fait, un large éventail de méthodes ont été proposées dans la littérature et sont utilisées en pratique. Toutefois, les différences obtenues sont souvent minimales et les différentes méthodes d'essai peuvent être classées en quelques grands types principaux. De plus, des comparaisons ont été publiées (voir par exemple [39], [17], [13], [24]), qui mettent en évidence dans la plupart des cas une bonne cohérence entre les résultats obtenus par ces différentes méthodes.

Le coefficient de diffusion apparent des ions chlorure en conditions saturées peut être mesuré directement de façon très rapide par un essai de migration sous champ électrique en régime non stationnaire. La procédure utilisée ici est celle proposée en 1992 par Tang & Nilsson [77], dont la reproductibilité a été démontrée [80], et qui fait désormais l'objet d'une procédure standardisée dans les pays nordiques [61]. Cette méthode requiert notamment la détermination, par une méthode colorimétrique, de la profondeur moyenne de pénétration des chlorures dans l'éprouvette testée.

Il est à noter que le coefficient *apparent* intègre les interactions chlorures-matrice [16], [24]. Pour en déduire un coefficient de diffusion *effectif* (propriété de transport « intrinsèque »), il serait nécessaire de déterminer en plus la pente de « l'isotherme » d'interaction chlorures-matrice et la porosité du matériau, étant donné la relation existant entre ces deux coefficients [78], [38], [24].

Essai de migration en régime non stationnaire

Pour chaque formule de béton, un essai de migration en régime non stationnaire a été réalisé sur deux éprouvettes Ø 90 × 50 mm, étanchées sur leur pourtour par de la résine polyester, après conservation jusqu'à l'échéance de l'essai (28 jours) dans une solution alcaline de composition proche de la solution interstitielle des bétons ($[\text{NaOH}] = 1 \text{ g.L}^{-1}$ soit $0,025 \text{ mol.L}^{-1}$, et $[\text{KOH}] = 4,65 \text{ g.L}^{-1}$ soit $0,08 \text{ mol.L}^{-1}$) [69].

Le schéma de principe du dispositif expérimental (cellule de migration) est présenté sur la figure 1. Chaque éprouvette est placée entre les deux compartiments d'une cellule où des joints circulaires

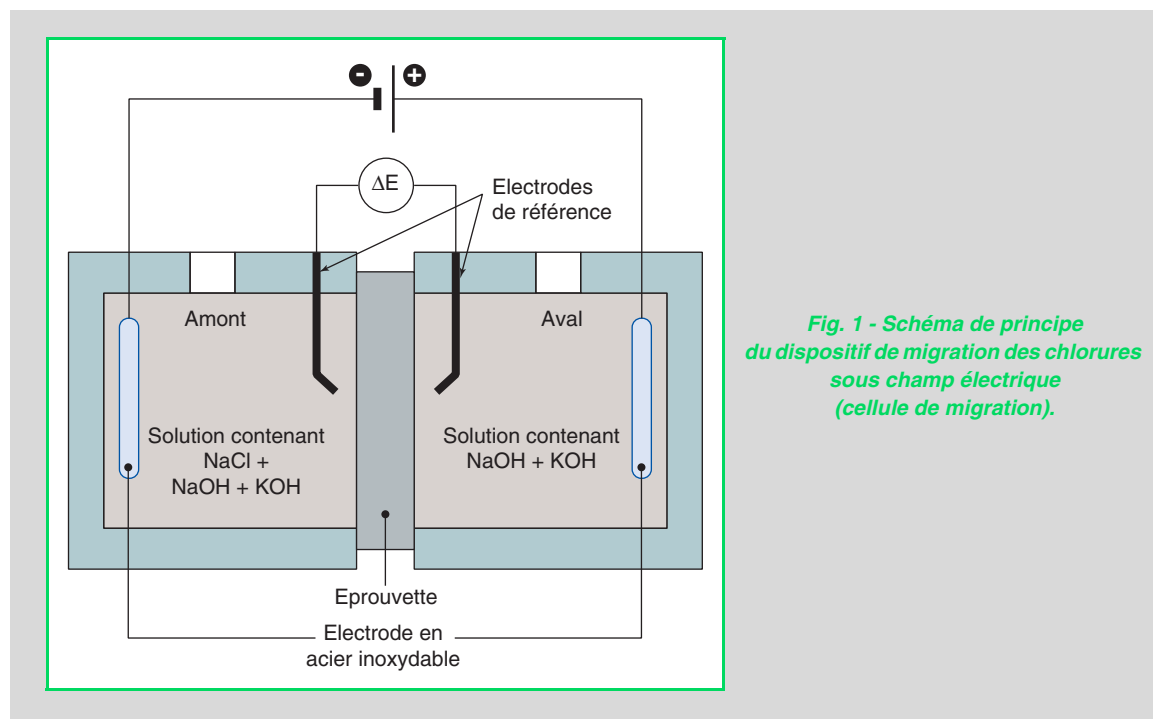


Fig. 1 - Schéma de principe du dispositif de migration des chlorures sous champ électrique (cellule de migration).

plats en silicone assurent l'étanchéité du système. La solution du compartiment amont est une solution saline 1 M de composition $[\text{NaCl}] = 58,4 \text{ g.L}^{-1}$, $[\text{NaOH}] = 1 \text{ g.L}^{-1}$ et $[\text{KOH}] = 4,65 \text{ g.L}^{-1}$. La solution du compartiment aval est une solution alcaline de composition $[\text{NaOH}] = 1 \text{ g.L}^{-1}$ et $[\text{KOH}] = 4,65 \text{ g.L}^{-1}$. Le volume de chacun des deux compartiments est d'un litre. L'essai est réalisé à $T = 23 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Une différence de potentiel $U = 12 \text{ V}$ est appliquée entre les électrodes en acier inoxydable installées dans chaque compartiment (bornes de l'ensemble de la cellule) et reliées à un générateur de courant continu, afin que les anions chlorure migrent du compartiment amont (cathode) vers le compartiment aval (anode) en traversant (partiellement) l'échantillon. Cette différence de potentiel est maintenue constante durant l'essai. La différence de potentiel réelle aux bornes de l'échantillon (ΔE) est mesurée au cours de l'essai à l'aide des électrodes de référence positionnées dans chaque compartiment au voisinage de la surface de l'échantillon. La durée de l'essai de migration, fixée *a priori* sur la base des recommandations de Tang [79], varie selon la formule de béton considérée. Elle va de quelques jours à plusieurs semaines pour les bétons les plus compacts.

Détermination de la profondeur moyenne de pénétration des chlorures par colorimétrie

A l'issue de l'essai de migration, une méthode colorimétrique est appliquée [35], afin de déterminer la profondeur moyenne de pénétration x_d des ions chlorure dans l'éprouvette testée, paramètre nécessaire au calcul du coefficient de diffusion en régime non-stationnaire (cf. § « Calcul du coefficient de diffusion apparent » p 20).

Chaque échantillon est scié perpendiculairement à la surface exposée à la solution saline. Une solution de fluorescéine (1 g.L^{-1} dans une solution à 70 % d'alcool éthylique dans l'eau), puis une solution de nitrate d'argent (AgNO_3 , 0,1 N), sont alors pulvérisées sur les deux surfaces internes de chaque échantillon fraîchement scié. Après pulvérisation, la zone de béton exempte de chlorures *libres* (c'est-à-dire solubles dans l'eau), exposée à la lumière naturelle, devient sombre (processus photochimique). Dans la zone contenant des chlorures libres, la surface devient rose (mise en évidence de la formation de chlorure d'argent AgCl par le révélateur) [35].

La profondeur moyenne de pénétration x_d des ions chlorure est alors obtenue en évaluant sur chaque surface interne, au microscope à binoculaire et par analyse d'images, la distance entre la surface exposée aux ions chlorure et la frontière séparant les zones rose et sombre, puis en prenant la moyenne des valeurs mesurées sur chacune des deux surfaces de chaque échantillon de béton [69]. Une frontière pas toujours très nette selon les échantillons et un tracé irrégulier induit par la présence des granulats peuvent rendre difficile l'évaluation de x_d (cf. fig. 2). Toutefois, pour les échantillons testés ici, on peut considérer que l'erreur commise sur x_d est inférieure à 0,1 mm.

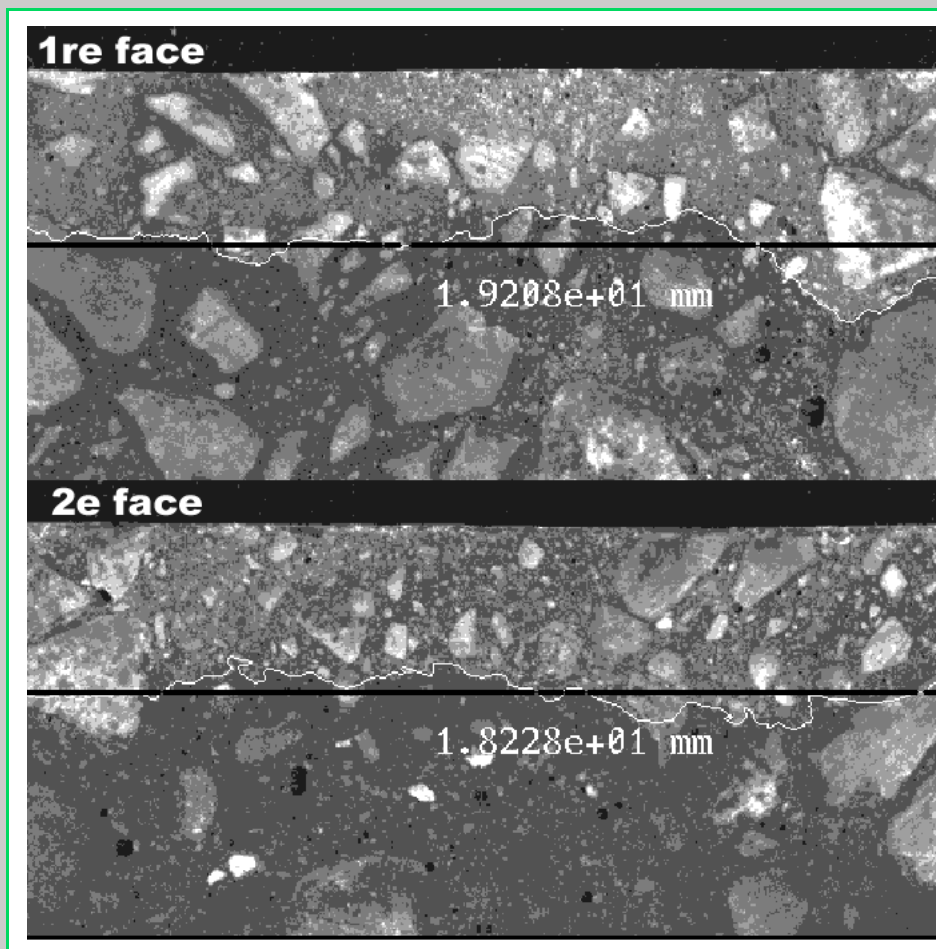


Fig. 2 - Exemple de détermination de la profondeur de pénétration des chlorures par colorimétrie, acquisition et traitement d'images, à l'issue d'un essai de migration sous champ électrique en régime non stationnaire.

Calcul du coefficient de diffusion apparent

Sans prendre en considération les interactions entre les chlorures et la matrice cimentaire et pour une composition constante de la phase liquide en contact avec le matériau, on peut utiliser la solution numérique (3) de l'équation modifiée de Nernst-Planck proposée dans [77], [79] et [80], pour calculer le coefficient de diffusion apparent $D_{ns(mig)}$ ($m^2.s^{-1}$) dans l'hypothèse de solutions très diluées :

$$D_{ns(mig)} = \frac{R.T}{Z.F} \cdot \frac{e}{\Delta E} \cdot \frac{x_d - \alpha \cdot \sqrt{x_d}}{t} \quad (3)$$

où

- t : durée de l'essai (s),
- Z : valence de l'ion chlorure ($Z = 1$),
- F : constante de Faraday ($F = 96480 J.V^{-1}.mol^{-1}$),
- ΔE : différence de potentiel aux bornes de l'échantillon (V),
- R : constante des gaz parfaits ($R = 8,3144 J.mol^{-1}.K^{-1}$),
- T : température absolue ($T = 298 K$),
- e : épaisseur de l'échantillon ($e = 0,05 m$).

La constante α est donnée par la formule (4) :

$$\alpha = 2 \cdot \sqrt{\frac{R.T}{Z.F} \cdot \frac{e}{\Delta E}} \cdot \operatorname{erf}^{-1}\left(1 - 2 \cdot \frac{c_d}{c_0}\right) \quad (4)$$

où

- c_d : concentration en chlorures induisant un changement de couleur par pulvérisation de nitrate d'argent (colorimétrie) ($c_d \approx 0,07 \text{ M} \approx 4,06 \text{ g.L}^{-1}$ [79]),
- c_0 : concentration en chlorures du compartiment amont (supposée constante), et où erf^{-1} est l'inverse de la fonction erreur erf.

Détermination du coefficient d'absorption capillaire

L'essai permettant de déterminer le coefficient d'absorption capillaire C_a (kg.m^{-2}) consiste à mesurer par pesée, à des échéances déterminées, la masse d'eau absorbée par une éprouvette préalablement séchée en étuve (à $T = 80 \pm 5 \text{ °C}$) et mise en contact avec de l'eau par une face. Ce coefficient est alors défini par l'expression (5) :

$$C_a = \frac{M - M_0}{A} \quad (5)$$

où

- M : masse de l'éprouvette à une échéance donnée (kg),
- M_0 : masse initiale de l'éprouvette (kg),
- A : section de l'éprouvette (m^2).

L'essai est réalisé ici suivant le mode opératoire recommandé par l'AFPC-AFREM [8] sur une éprouvette $\varnothing 110 \times 100 \text{ mm}$ sciée à partir d'un cylindre $\varnothing 110 \times 220 \text{ mm}$ à l'issue de la cure de 28 jours, pour chaque formule de béton.

Évaluation de la résistance aux cycles de gel-dégel

Mesure de la teneur en air et du facteur d'espacement des bulles d'air

La présence de bulles d'air au sein d'un béton permet à celui-ci de mieux résister au gel, en présence ou non de sels, notamment par leur rôle de vase d'expansion pour les lentilles de glace en formation (relâchement des contraintes) et de court-circuit lors des mouvements d'eau induits [54], [32]. Le réseau de bulles d'air doit toutefois présenter des caractéristiques adéquates. Celui-ci peut être caractérisé par différents paramètres : le volume total (ou la teneur en air), la surface spécifique des bulles (qui augmente quand la taille des bulles diminue), la distribution des tailles des bulles et le facteur d'espacement. Ce dernier correspond à la demi-distance moyenne séparant deux bulles d'air voisines.

Méthode de mesure

La teneur en air sur béton durci et le facteur d'espacement L_{barre} (μm) ont été évalués ici selon la norme ASTM C 457 [14] par la méthode modifiée de comptage de points, sur deux éprouvettes $100 \times 100 \times 20 \text{ mm}$ extraites par sciage des mêmes cubes $150 \times 150 \times 70 \text{ mm}$ que ceux utilisés pour le prélèvement des éprouvettes destinées à l'essai d'écaillage (cf. § « Préparation et préconditionnement des éprouvettes » p. 22). Les plaques, une fois polies, ont été analysées au microscope à binoculaire (grossissement 100), selon un balayage linéaire. Les diamètres de bulles à partir de $10 \mu\text{m}$ sont pris en considération. On notera que cette technique permet également de déterminer la surface spécifique des bulles d'air. Le comptage des bulles a été effectué ici manuellement. L'utilisation de l'analyse d'images est également possible.

La teneur en air du béton frais a été mesurée avec un aéromètre, selon la norme NF P 18-353, lors de la fabrication des éprouvettes.

Spécifications

Les spécifications relatives au facteur d'espacement, permettant d'assurer la résistance au gel des bétons (d'étude ou de convenance) formulés avec agent entraîneur d'air, sont données dans le tableau II [71] : $L_{\text{barre}} \leq 200 \mu\text{m}$ en présence de sels et $L_{\text{barre}} \leq 250 \mu\text{m}$ pour les environnements sans sels.

TABLEAU II

Spécifications relatives à la durabilité des bétons soumis au gel [71]

Essai	Mesure	Épreuve concernée	
		Étude et convenance	Contrôle
Gel dans l'eau – Dégel dans l'eau (P 18-424)	Allongement relatif après 300 cycles	$\Delta\ell/\ell \leq 400 \mu\text{m/m}$	$\Delta\ell/\ell \leq 500 \mu\text{m/m}$
	Rapport des carrés des fréquences de résonance après 300 cycles (P 18-414)	$f_1^2/f_0^2 \times 100 \geq 75$	$f_1^2/f_0^2 \times 100 \geq 60$
Écaillage (XP P18-420)	Masse cumulée d'écaillage après 56 cycles	$M \leq 600 \text{ g.m}^{-2}$	$M \leq 750 \text{ g.m}^{-2}$
	Facteur d'espacement (ASTM C 457)	G	$L_{\text{barre}} \leq 250 \mu\text{m}$
		G + S	$L_{\text{barre}} \leq 300 \mu\text{m}$
			$L_{\text{barre}} \leq 200 \mu\text{m}$

Évaluation de la résistance aux cycles de gel-dégel sans sels (gel interne)

La résistance aux cycles de gel-dégel (sans sels) est évaluée à partir de la mesure de l'allongement relatif (déformation longitudinale) et de la fréquence de résonance (selon la norme P 18-414 [3]) d'éprouvettes soumises à un essai de gel-dégel en enceinte climatique. La mesure de la fréquence de résonance permet en effet de déceler les différences de qualité et les dégradations du matériau.

Préparation et préconditionnement des éprouvettes

Pour chaque formule de béton, 3 prismes $100 \times 100 \times 400 \text{ mm}$ équipés de plots de mesure d'allongement sont confectionnés sur table vibrante. Après démoulage, les prismes sont conservés 28 jours dans l'eau, puis soumis à l'essai de gel-dégel.

Essai de gel-dégel (sans sels)

L'essai de gel-dégel réalisé ici consiste à effectuer 300 cycles de 6 heures (4 cycles par jour) de gel dans l'eau ($-18 \pm 2^\circ\text{C}$) et de dégel dans l'eau ($+10 \pm 2^\circ\text{C}$) en enceinte climatique, selon la norme française P 18-424 [4]. Les prismes sont laissés en immersion permanente ; ils ne sont sortis de l'enceinte qu'une fois par semaine pour les mesures. Selon les recommandations [71], cet essai est celui qui est appliqué pour qualifier les formules de béton lors des épreuves d'étude et de contrôle dans les cas de *gel sévère* avec un *taux de saturation fort* au sens de la norme NF EN 206-1 [7].

Spécifications

Un béton d'étude (ou de convenance) est dit résistant aux cycles de gel-dégel sans sels (gel interne), sur la base de l'essai réalisé selon la norme française P 18-424, si les conditions suivantes sont simultanément remplies (cf. tableau II, [71]) :

$(f_1^2/f_0^2) \times 100 \geq 75$, où f_0 est la fréquence de résonance initiale (avant cycles) et f_1 est la fréquence de résonance mesurée à l'issue des 300 cycles,

$\Delta\ell/\ell \leq 400 \mu\text{m/m}$, où $\Delta\ell/\ell$ est l'allongement relatif à l'issue des 300 cycles.

Un bon comportement se traduira par un léger retrait et une stabilisation du rapport f_1^2/f_0^2 .

Évaluation de la résistance à l'écaillage

La résistance à l'écaillage est évaluée à partir de la mesure de la masse cumulée d'écaillage d'éprouvettes soumises à un essai de gel-dégel au contact d'une solution saline, en enceinte climatique (essai d'écaillage). Le préconditionnement des éprouvettes et l'essai d'écaillage sont effectués selon la norme française XP P 18-420 [6]. Quatre éprouvettes $150 \times 150 \times 70 \text{ mm}$ sont testées pour chaque formule de béton.

Préparation et préconditionnement des éprouvettes

Des cubes $150 \times 150 \times 150$ mm sont confectionnés sur table vibrante, démoulés, puis conservés à $T = 20 \pm 2$ °C dans l'eau pendant 14 jours. Les cubes sont ensuite sciés parallèlement à la face « coffrée » (fond de moule) de manière à obtenir deux éprouvettes $150 \times 150 \times 70$ mm, l'une destinée à l'essai d'écaillage (celle incluant la face « coffrée ») et l'autre à la détermination de la teneur en air sur béton durci et du facteur d'espacement des bulles d'air (cf. § « Méthode de mesure » p. 21). Les éprouvettes destinées à l'essai d'écaillage sont conservées à $T = 20 \pm 2$ °C et à $HR = 65 \pm 5$ % pendant 14 jours, puis les surfaces latérales (150×70 mm) sont étanchées par un ruban de caoutchouc et un joint en silicone. Les éprouvettes sont ensuite réhumidifiées pendant 72 heures en déposant un film d'eau sur la face supérieure (150×150 mm), correspondant à la face « coffrée ». Le film d'eau est ensuite remplacé par une solution de NaCl (dosée à 30 g.L^{-1}) et les quatre éprouvettes $150 \times 150 \times 70$ mm (par formule de béton) sont installées dans l'enceinte climatique.

Essai d'écaillage

L'essai d'écaillage consiste à soumettre les éprouvettes, couvertes par la solution de NaCl, à 56 cycles consécutifs de gel-dégel de 24 heures (entre $+20$ et -20 °C). À chaque échéance de mesure (tous les 7 cycles, ainsi qu'à l'issue des 56 cycles), les éprouvettes sont brossées, puis les particules détachées sont récoltées et lavées. Ces particules sont ensuite séchées en étuve à $T = 105 \pm 5$ °C pendant une nuit, puis pesées afin de déterminer leur masse sèche. La solution de NaCl est ensuite renouvelée et l'éprouvette est remise en enceinte. La masse cumulée (g.m^{-2}) des particules détachées de la surface de l'éprouvette (appelée masse cumulée d'écaillage) est ainsi calculée en fonction du nombre de cycles.

Spécifications

Un béton d'étude (ou de convenance) est dit résistant à l'écaillage (sur la base de l'essai réalisé selon la norme française XP P 18-420) si la masse cumulée d'écaillage à l'issue des 56 cycles est inférieure ou égale à 600 g par m^2 de surface exposée (cf. tableau II, [71]).

Résultats expérimentaux et analyse

Perméabilité apparente aux gaz

Influence du taux de saturation

Les résultats des mesures de perméabilité apparente aux gaz, obtenus selon la méthode décrite au § « Détermination de la perméabilité apparente aux gaz » p. 17, sont présentés dans le tableau III (valeurs moyennes sur trois éprouvettes), en fonction du taux de saturation moyen (s) obtenu à chaque étape indiquée du preconditionnement.

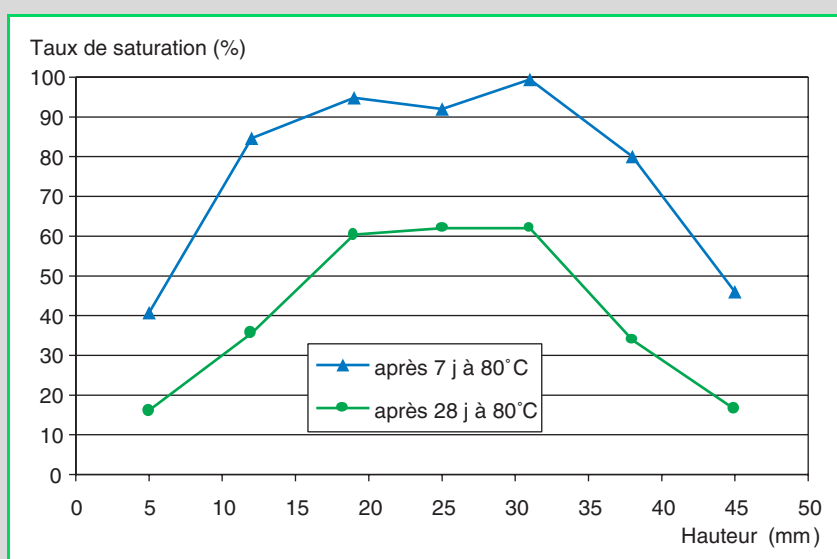
Comme attendu (voir par exemple [62], [45], [1] ou [85]), la perméabilité apparente augmente quand le taux de saturation moyen de l'éprouvette diminue. Une fonction logarithmique relie généralement la perméabilité intrinsèque au taux de saturation. Par ailleurs, on constate peu de différence entre les taux de saturation mesurés après 7 et 28 jours de séchage à $T = 80 \pm 5$ °C pour les bétons de classe M25. Par contre, on note une évolution très importante entre 7 et 28 jours de séchage pour les BHP. Le taux de saturation moyen pour ces bétons est compris entre 40 et 70 % après 7 jours de séchage. Il est compris respectivement entre 6 et 35 % après 28 jours (cf. tableau III). Ces résultats mettent en évidence le séchage plus difficile (lent) des BHP. En zone superficielle, les gradients de teneur en eau restent donc très forts dans ces matériaux, même après 28 jours de séchage à $T = 80 \pm 5$ °C. Cela est illustré par les profils de taux de saturation mesurés par gammadensimétrie aux différentes étapes du protocole de preconditionnement AFPC-AFREM (cf. fig. 3) sur un béton à (très) hautes performances BH contenant 10 % de fumées de silice par unité de masse de ciment ($E/C = 0,27$; $E/\text{liant} = 0,24$; $R_{\text{moy}28} = 115,5 \text{ MPa}$; porosité accessible à l'eau = 6,7 % à 28 jours) [84]. Ce béton a été préparé avec des constituants différents de ceux de la série de bétons étudiée ici, mais il est très proche du béton M120FS. Les taux de saturation moyens et les perméabilités mesurés sur BH, tel que décrit au § « Détermination de la perméabilité apparente aux gaz » p. 17, sont reportés dans le tableau III à titre de comparaison. Les taux de saturation locaux max. (à cœur) et min. (en surface), déduits des mesures par gammadensimétrie à chaque étape du preconditionnement,

TABLEAU III

Perméabilité apparente aux gaz (K_{gaz}) des 15 bétons mesurée, en fonction du taux de saturation moyen (s) de l'éprouvette, après une cure de 28 jours dans l'eau (valeurs moyennes sur trois éprouvettes). Calcul pour un taux de saturation moyen $s = 6 \%$. Comparaison avec les résultats obtenus sur un béton à très hautes performances « BH »

Étape du préconditionnement →	Étape 1 : 7 jours à $T = 80 \pm 5 \text{ °C}$		Étape 2 : 28 jours à $T = 80 \pm 5 \text{ °C}$		Étape 3 : Étape 2 + 20 jours à $T = 105 \pm 5 \text{ °C}$ ($s = 0$)	Interpolation graphique ($s = 6 \%$)
Béton	s (%)	K_{gaz} (10^{-18} m^2)	s (%)	K_{gaz} (10^{-18} m^2)	K_{gaz} (10^{-18} m^2)	K_{gaz} (10^{-18} m^2)
M25CVEA	3,15	191	2,4	230	390	–
M25CV	5,8	161	2,5	196	206	161
M25	2,5	555	1,9	638	978	–
M25EA	6,0	96	3,0	128	148	96
M30CV	1,5	25	0,3	43	54	–
M50CVEA	17,3	80	5,1	165	271	155
M50EA	14,6	82	0,4	154	272	115
M50CV	21,2	35	4,3	63	89	59
M50	7,0	43	1,5	57	69	45
M75FSEA	47,0	33	10,1	95	347	145
M75EA	38,2	108	6,2	301	782	301
M75	38,8	13	7,6	54	106	58
M75FS	44,6	19	8,8	84	167	98
M100FS	70,6	0,17	34,7	3,95	17	14
M120FS	67,9	0,28	29,1	9,85	43	34
BH	72,3	–	35,2	12	41	–

Fig. 3 - Profils de taux de saturation mesurés par gammadensimétrie aux différentes étapes du protocole de préconditionnement AFPC-AFREM [8] sur un béton à très hautes performances BH ($E/C = 0,27$; $E/\text{liant} = 0,24$; $R_{\text{moy}28} = 115,5 \text{ MPa}$; porosité à l'eau = 6,7 % à 28 jours). L'état « sec » de référence choisi correspond à 28 jours de séchage à $T = 80 \pm 5 \text{ °C}$ + 20 jours de séchage en étuve à $T = 105 \pm 5 \text{ °C}$.



sont respectivement de 99 % et 41 % après 7 jours de séchage à $T = 80 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$, et de 62 % et 16 % après 28 jours de séchage à $T = 80 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (l'état « sec » de référence choisi, c'est-à-dire $s_{\text{local}} = 0$ dans toute l'épaisseur de l'éprouvette, correspond à 28 jours de séchage à $T = 80 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C} + 20$ jours de séchage à $T = 105 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$).

Pour appréhender la seule influence de la structure poreuse et pouvoir comparer les bétons entre eux, l'analyse doit être menée à taux de saturation donné. Le protocole adopté pour les mesures [8] ne permet pas de façon immédiate une comparaison des résultats pour les 15 bétons à un même taux de saturation moyen, excepté à l'issue du séchage complet ($s = 0$) réalisé à $T = 105 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Néanmoins, il est possible de calculer des valeurs de perméabilité à un taux de saturation donné, par interpolation, à partir des points expérimentaux obtenus aux trois taux de saturation relatifs au protocole AFPC-AFREM. Le calcul a été effectué ici pour un taux de saturation $s = 6 \text{ } \%$. Les résultats figurent dans le tableau III. Le choix d'une faible valeur de taux de saturation est imposé par le fait que, dès la première échéance du protocole AFPC-AFREM, le taux de saturation moyen est nettement inférieur à 50 % pour la majorité des bétons. D'ailleurs, même à $s = 6 \text{ } \%$, le calcul ne peut pas être mené pour les bétons M25CVEA, M25 et M30CV, leur taux de saturation étant déjà inférieur à 6 % après 7 jours de séchage. Quant au béton M25CV, on considèrera que son taux de saturation moyen est égal à 6 % (au lieu de 5,8 %) après 7 jours de séchage.

Le tableau VII (cf. § « Synthèse : classement des bétons et évaluation de leur durabilité potentielle » p. 49) illustre le fait que les classements des bétons obtenus sur la base de la perméabilité apparente à $s = 0$ et à $s = 6 \text{ } \%$ sont très proches. Toutefois, les différences enregistrées entre les deux classements, malgré la faible différence de taux de saturation, met en évidence la grande influence de ce dernier paramètre sur la valeur de la perméabilité, ainsi que celle de la microfissuration potentiellement induite par le protocole de séchage, en particulier à $T = 105 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (cf. § « Influence de la (micro)fissuration » p. 28).

Analyse en fonction de la résistance à la compression

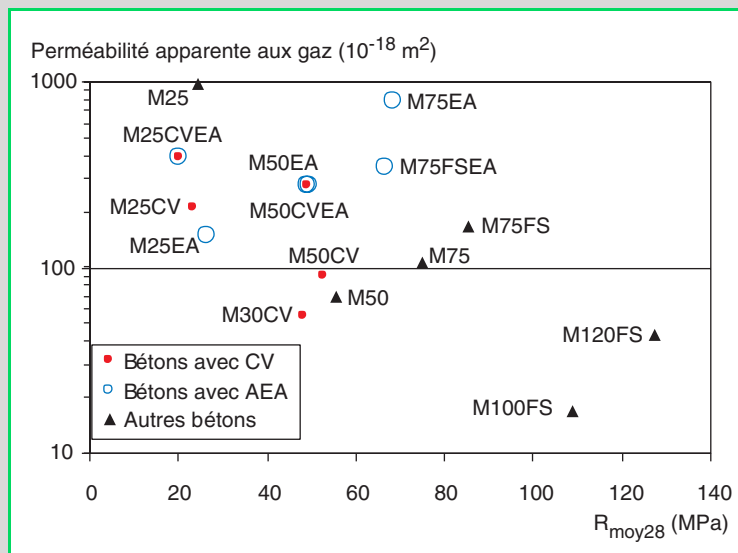
Les valeurs moyennes de perméabilité apparente aux gaz obtenues après séchage à $T = 105 \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ($s = 0$) sont synthétisées dans le tableau V et présentées pour les 15 bétons sur la figure 4 en fonction de la résistance moyenne à la compression mesurée à 28 jours.

TABLEAU IV

Coefficient d'absorption capillaire des 15 bétons, mesuré après une cure de 28 jours dans l'eau

Béton	Coefficient d'absorption capillaire (kg.m^{-2})			
	à 1 heure	à 4 heures	à 8 heures	à 24 heures
M25CVEA	0,61	1,39	1,64	2,77
M25CV	0,85	1,65	2,27	4,02
M25	0,98	1,96	2,86	5,00
M25EA	0,50	1,07	1,53	2,70
M30CV	0,48	1,07	1,44	2,29
M50CVEA	0,63	1,28	1,49	2,31
M50EA	0,92	1,60	1,83	2,74
M50CV	0,55	1,15	1,61	2,72
M50	0,78	1,60	2,21	3,75
M75FSEA	0,32	0,55	0,63	0,92
M75EA	0,38	0,75	0,86	1,31
M75	0,32	0,58	0,82	1,29
M75FS	0,29	0,44	0,54	0,76
M100FS	0,19	0,6	0,44	0,58
M120FS	0,19	0,28	0,35	0,44

Fig. 4 - Perméabilité apparente aux gaz des 15 bétons, mesurée après conservation dans l'eau pendant 28 jours et séchage à $T = 105 \pm 5^\circ\text{C}$ selon le protocole AFPC-AFREM [8], en fonction de la résistance moyenne à la compression mesurée à 28 jours.



On constate globalement que la perméabilité décroît de façon très marquée lorsque l'on passe des bétons bas de gamme (de résistance moyenne 20-25 MPa) aux bétons ordinaires puis aux BHP avec fumées de silice. Il y a quasiment un facteur 100 entre la perméabilité la plus élevée $978 \times 10^{-18} \text{ m}^2$ (correspondant au béton M25) et la perméabilité la plus faible $17 \times 10^{-18} \text{ m}^2$ (correspondant au béton M100FS).

Néanmoins, la figure 4 met en évidence la dispersion des résultats. Aucune relation simple ne peut être directement mise en évidence entre K_{gaz} et la résistance moyenne à la compression à 28 jours. Cette difficulté à corréler perméabilité et résistance a également été rapportée dans la littérature [81]. La résistance à la compression ne permet par conséquent pas de prévoir systématiquement les propriétés de transport des matériaux et donc leur durabilité. D'autres paramètres doivent également être considérés, comme les paramètres de formulation (teneur en additions pouzzolaniques, présence d'air entraîné,...).

Influence des paramètres de formulation

Les derniers points évoqués au § « Analyse en fonction de la résistance à la compression » p. 25 peuvent être illustrés par la comparaison entre les classements des bétons établis, d'une part, sur la base de la résistance moyenne à la compression à 28 jours, et d'autre part, sur la base de la perméabilité apparente à $s = 0$ ou à $s = 6\%$ (cf. tableau VII et § « Synthèse : classement des bétons et évaluation de leur durabilité potentielle » p. 49). Les 6 BHP sont par définition en tête dans le classement établi sur la base de la résistance à la compression. Quant au classement obtenu sur la base de la perméabilité aux gaz, il met en évidence l'influence négative de la présence d'air entraîné pour la gamme M50 et les BHP (voir également tableau V, cases grisées, et fig. 4), lorsque l'on fait la comparaison avec des bétons de même gamme mais sans AEA. Cet effet est particulièrement marqué dans le cas des BHP. Ainsi, les bétons M75EA et M75FSEA apparaissent particulièrement mal classés sur la base de la perméabilité apparente aux gaz.

L'effet de l'air entraîné s'explique par la présence d'une macroporosité apparaissant clairement sous la forme d'un second mode poreux (autour de 10^3 nm) sur la distribution des tailles de pores (mesurée par intrusion de mercure [23]) des bétons de la série M75 avec air entraîné, sans que le reste de la distribution soit modifié par rapport à celle des bétons de la même gamme mais sans AEA [19]. Ce second mode poreux témoigne de l'augmentation très importante du degré de connectivité du réseau des vides (c'est-à-dire pores, mais aussi microfissures créées par le séchage) du fait de la présence des bulles d'air. La ségrégation constatée sur M75EA et M75FSEA peut aussi contribuer à expliquer les très fortes perméabilités enregistrées sur ces bétons. Cette ségrégation témoigne de la difficulté à formuler et à gâcher des BHP avec les teneurs en air entraîné classiquement recommandées, en sus d'autres adjuvants, et en particulier lorsque des fumées de silice sont également incorporées au mélange.

TABLEAU V

Valeurs moyennes de résistance à la compression (R_{moy28}), porosité accessible à l'eau [19], perméabilité apparente aux gaz (K_{gaz}), coefficient de diffusion apparent des chlorures ($D_{ns(mig)}$) et coefficient d'absorption capillaire (C_a), déterminées pour les 15 bétons, sur éprouvettes après une cure de 28 jours dans l'eau

Béton	E/C	E/liant	R_{moy28} (MPa)	Porosité (eau) (%)	K_{gaz} (s = 0) (10^{-18} m^2)	$D_{ns(mig)}$ ($10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	C_a (24 heures) ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-2}$)
M25CVEA	0,84	0,67	20,5	16,4	390	5,8	2,77
M25CV	0,96	0,77	23,5	15,7	206	9,5	4,02
M25	0,84	0,84	24,5	16,2	978	10,0(*)	5,00
M25EA	0,70	0,70	26,8	13,7	148	22,4	2,70
M30CV	0,74	0,52	48,5	12,6	54	1,7	2,29
M50CVEA	0,45	0,36	49,0	14,3	271	1,5	2,31
M50EA	0,39	0,39	49,5	13,3	272	5,5	2,74
M50CV	0,56	0,45	53,0	14,1	89	1,8	2,72
M50	0,48	0,48	55,5	14,4	69	8,7	3,75
M75FSEA	0,34	0,32	67,0	10,3	347	0,73	0,92
M75EA	0,27	0,27	68,5	10,7	782	3,5	1,31
M75	0,32	0,32	75,0	11,5	106	5,6	1,29
M75FS	0,38	0,36	85,5	10,0	167	0,79	0,76
M100FS	0,33	0,30	109,0	8,4	17	0,30	0,58
M120FS	0,26	0,23	127,5	7,4	43	0,04	0,44

(*) Résultat sujet à caution.

Cases grisées : formules avec agent entraîneur d'air.

L'augmentation du degré de connectivité du réseau des vides et son impact sur la perméabilité à l'eau (et également aux gaz) est l'une des fonctions que l'on recherche en générant un réseau de bulles d'air dans le béton pour le prémunir contre les effets des cycles de gel-dégel. Cependant, on déduit de ces résultats expérimentaux que cet effet peut s'avérer préjudiciable pour la durabilité relative à d'autres processus que le gel. La pénétration d'agents agressifs vis-à-vis des armatures du béton armé peut par exemple être favorisée.

On note un effet très bénéfique de l'air entraîné sur le béton M25 (par exemple, $K_{gaz} = 148 \times 10^{-18} \text{ m}^2$ pour M25EA, alors que $K_{gaz} = 948 \times 10^{-18} \text{ m}^2$ pour M25, à l'âge de 28 jours). Il est en effet bien connu que la présence de bulles d'air dans les bétons « maigres » peut conduire à un meilleur arrangement des grains et à une amélioration de la stabilité à l'état frais (diminution du ressuage), générant un matériau plus homogène et aux propriétés améliorées à l'état durci. Une porosité (accessible à l'eau) nettement plus faible a effectivement été mesurée sur le béton M25EA (13,7 %, au lieu de 16,2 % pour le M25, à l'âge de 28 jours, cf. tableau V). De plus, dans le cas de ces bétons très poreux, la connectivité du réseau des vides est peu modifiée par la présence d'air entraîné. On enregistre seulement une légère diminution du degré de connectivité entre le M25 et le M25EA (décalage visible sur la distribution des tailles de pores), témoignant de l'amélioration des propriétés précédemment évoquée [19].

L'incorporation d'une quantité importante de cendres volantes dans les bétons ordinaires a pour effet de réduire la perméabilité aux gaz, si l'on en juge par les résultats obtenus sur le M30CV contenant 43 % de cendres volantes (par unité de masse de ciment). On enregistre en effet pour le béton M30CV une perméabilité $K_{gaz} = 54 \times 10^{-18} \text{ m}^2$ très proche de celle obtenue pour le M120FS ($K_{gaz} = 43 \times 10^{-18} \text{ m}^2$). Ce résultat est conforme à la littérature. Les résultats publiés ont en effet

montré que la perméabilité aux gaz diminuait nettement lorsque la teneur en cendres volantes du béton augmentait pour une même gamme de résistance, la différence étant toutefois plus marquée pour les bétons haut de gamme (voir par exemple [81], [46]). Les résultats publiés ont été obtenus pour différentes conditions de cure à environ 20 °C, et ce malgré la plus grande susceptibilité réputée des bétons aux cendres à une cure insuffisante.

Sur la série des 15 bétons testés ici, on n'observe toutefois pas systématiquement de réduction de la perméabilité lorsque l'on incorpore seulement 25 % de cendres volantes dans les bétons ordinaires, ou 6 % de fumées de silice dans les BHP. Cela résulte probablement du fait que l'on a simultanément un plus fort E/C pour les bétons avec additions (mais toutefois un E/liant plus faible, dans le cas des cendres volantes), ainsi qu'une teneur en cendres volantes insuffisante pour observer un effet significatif dès 28 jours (*cf.* tableau VI et fig. 4). Ce rapport E/C plus élevé peut en effet induire une action antagoniste sur la connectivité du réseau des pores, par rapport à celle des additions minérales (*cf.* § « Coefficient d'absorption capillaire » p. 30). En outre, l'air entraîné contenu dans certains des bétons influence également les résultats.

Quand le rapport E/liant (ou la porosité) diminue, la perméabilité apparente aux gaz décroît, mais on ne met pas en évidence de relation directe (universelle) entre ces deux paramètres, en accord avec la littérature [81], et compte tenu de l'influence des autres paramètres de formulation discutée précédemment.

En conclusion, vis-à-vis de la perméabilité aux gaz, l'influence de la présence d'air entraîné apparaît prépondérante devant celle du rapport E/C, qui semble elle-même prépondérante devant celle de l'incorporation d'additions minérales pouzzolaniques.

TABLEAU VI
Comparaison des propriétés des bétons formulés avec et sans additions pouzzolaniques

Béton	E/C	E/liant	R _{moy28} (MPa)	Porosité (eau) (%)	K _{gaz} (s = 0) (10 ⁻¹⁸ m ²)	D _{ns(mig)} (10 ⁻¹² m ² .s ⁻¹)	C _a (24 heures) (kg.m ⁻²)
M25	0,84	0,84	24,5	16,2	978	10,0	4,998
M25CV	0,96	0,77	23,5	15,7	206	9,5	4,017
M25EA	0,70	0,70	26,8	13,7	148	22,4	2,704
M25CVEA	0,84	0,67	20,5	16,4	390	5,8	2,766
M50EA	0,39	0,39	49,5	13,3	272	5,5	2,741
M50CVEA	0,45	0,36	49,0	14,3	271	1,5	2,312
M50	0,48	0,48	55,5	14,4	69	8,7	3,748
M50CV	0,56	0,45	53,0	14,1	89	1,8	2,718
M75	0,32	0,32	75,0	11,5	106	5,6	1,287
M75FS	0,38	0,36	85,5	10,0	167	0,79	0,763
M75EA	0,27	0,27	68,5	10,7	782	3,5	1,311
M75FSEA	0,34	0,32	67,0	10,3	347	0,73	0,916

Influence de la (micro)fissuration

L'influence de la (micro)fissuration sur la perméabilité aux gaz est maintenant largement admise : le degré de connectivité, l'ouverture, ainsi que la rugosité des fissures interviennent, comme le montrent les résultats d'essais rapportés dans la littérature (où la fissuration est provoquée volontairement par un chargement mécanique [57], [83], [58], [68]). Lorsqu'un matériau est fissuré, ce sont les fissures qui contrôlent l'écoulement du gaz sous gradient de pression totale. La perméabilité peut alors augmenter de plusieurs ordres de grandeur par rapport à celle du matériau non fissuré. Toutefois, l'influence des fissures ne devient prépondérante devant celle du taux de saturation que lorsque les fissures sont suffisamment ouvertes (> 10 µm).

La microfissuration initiale du béton M120FS est comparativement plus importante que celle du béton M100FS. Elle reste toutefois très limitée. En effet, une longueur spécifique de microfissures égale à $L_\mu = 0,13 \text{ mm}^{-1}$ a été mesurée sur le béton M120FS, alors que pour le béton M100FS, on enregistre $L_\mu = 0,02 \text{ mm}^{-1}$, qui est la valeur la plus basse mesurée sur l'ensemble des 15 formules (la méthode de mesure et les résultats détaillés figurent dans la référence [19]). Les bétons M75 et M75FS ont une microfissuration initiale comparativement encore plus importante ($L_\mu = 0,26 \text{ mm}^{-1}$ pour le M75 et $L_\mu = 0,21 \text{ mm}^{-1}$ pour le M75FS). De plus, les microfissures, initialement non connectées, peuvent être amplifiées par le préconditionnement inhérent aux mesures de perméabilité aux gaz [8] (séchage à $T = 80 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ et surtout à $T = 105 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$) et peuvent ainsi créer un cheminement préférentiel pour l'oxygène, contrôlant le transfert du gaz sous gradient de pression totale. Ces considérations peuvent expliquer que la perméabilité du béton M100FS soit légèrement inférieure à celle du M120FS, alors que ce dernier a une résistance mécanique plus élevée, résultant notamment d'un rapport E/C plus faible et d'une teneur en ciment et en fumées de silice plus grande. Cela peut également expliquer les fortes valeurs de perméabilité enregistrées sur les bétons M75 et M75FS et leur moins bon classement, comparativement à celui établi sur la base de la résistance mécanique.

Coefficient de diffusion apparent des ions chlorure en conditions saturées

Analyse en fonction de la résistance à la compression

Les valeurs moyennes du coefficient de diffusion apparent des chlorures $D_{ns(mig)}$, obtenues selon la méthode décrite au § « Détermination du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure en conditions saturées » p. 18, sont reportées dans le tableau V et présentées sur la figure 5 pour les 15 bétons en fonction de la résistance moyenne à la compression mesurée à 28 jours.

Les résultats obtenus sont en accord avec les valeurs du coefficient de diffusion apparent des chlorures mesurées par différentes méthodes sur des matériaux similaires ou de la même gamme [24], [25]. De même que pour la perméabilité aux gaz, on enregistre une diminution du coefficient de diffusion de deux ordres de grandeur lorsque l'on passe des M25 aux BHP avec fumée de silice. Les valeurs extrêmes sont ici $22,4 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour le M25EA et $0,04 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour le M120FS. Toutefois, dans le cas du coefficient de diffusion, une meilleure corrélation apparaît entre ce coefficient et la résistance à la compression. En particulier, on mesure cette fois un coefficient de diffusion plus faible pour le M120FS, comparativement au M100FS, mais la différence d'environ un ordre de grandeur enregistrée entre ces deux bétons n'est sans doute pas significative, vu les très faibles valeurs enregistrées. Des déviations par rapport à une relation simple entre diffusivité et résistance sont néanmoins enregistrées également ici.

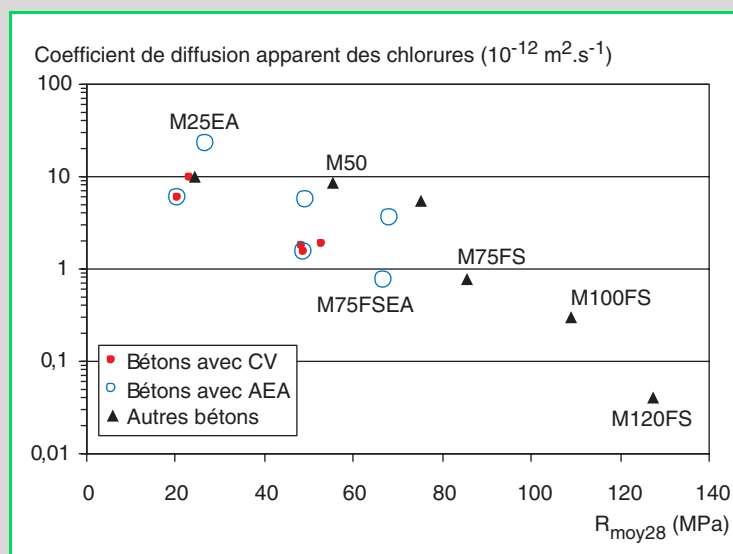


Fig. 5 - Coefficient de diffusion apparent des ions chlorure des 15 bétons en conditions saturées, en fonction de la résistance moyenne à la compression mesurée à 28 jours.

Influence des paramètres de formulation

Le béton M30CV présente de très faibles coefficients de transfert ($K_{\text{gaz}} = 54 \times 10^{-18} \text{ m}^2$, cf. § « Influence des paramètres de formulation » p. 26, et $D_{\text{ns(mig)}} = 1,7 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). De façon plus générale, pour chaque gamme de béton, le coefficient de diffusion des chlorures est systématiquement réduit quand des cendres volantes ou des fumées de silice sont incorporées dans la formule (cf. tableau VI et fig. 5). Par exemple, le coefficient de diffusion du M50CVEA est inférieur à celui du M50EA, bien que ces deux bétons aient une résistance moyenne à la compression et une perméabilité aux gaz équivalentes. De même, le coefficient de diffusion du M25CVEA est nettement réduit par rapport à celui du béton M25EA qui a pourtant une résistance moyenne à la compression supérieure et une perméabilité aux gaz inférieure. La réduction importante du coefficient de diffusion en conditions saturées par l'incorporation de fumées de silice a largement été rapportée dans la littérature (voir par exemple [86], [63]). De même, la réduction du coefficient de diffusion avec l'augmentation de la teneur en cendres volantes a été mise en évidence par des mesures réalisées en laboratoire sur pâtes (voir par exemple [52], [59]), mortiers ou bétons [55], [63], et également par des campagnes *in situ* [10], malgré une porosité souvent supérieure à celle du matériau équivalent sans addition. Par exemple, un coefficient de diffusion apparent très faible ($2,3 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) et comparable à celui obtenu ici pour le béton M30CV a été enregistré à 90 jours sur un béton à forte teneur en cendres volantes (54 % par unité de masse de ciment) [24], [25].

L'air entraîné ne semble pas avoir d'influence systématique sur le coefficient de diffusion (cf. fig. 5). Le processus de diffusion en conditions saturées est en effet limité par les pores les plus fins présents dans la microstructure, même si un réseau macroporeux co-existe (généré par l'entraîneur d'air ou correspondant à une microfissuration), ce dernier étant en outre difficile à saturer par la phase liquide à température ambiante.

En conclusion, vis-à-vis du coefficient de diffusion des chlorures, l'influence des additions minérales pouzzolaniques est prépondérante devant celle du rapport E/C et de la présence d'air entraîné. Les additions pouzzolaniques apparaissent par conséquent bénéfiques pour la protection des armatures vis-à-vis de la corrosion induite par les chlorures, en tout cas en conditions saturées. En outre, on met là encore en évidence les limites des approches fondées uniquement sur des critères de résistance mécanique et de composition pour prévoir la durabilité des bétons. Ces critères ne prendraient en effet pas suffisamment en compte le gain apporté par les additions. Or, on constate qu'incorporer des additions à la composition des bétons peut nettement améliorer leur durabilité. Cela justifie, au moins en partie, la tendance actuelle qui consiste à formuler des bétons en incorporant des adjuvants organiques et en substituant des additions minérales, réactives ou non, à une partie du ciment portland, en quantités qui peuvent être importantes. Cette pratique répond à des critères économiques et environnementaux. C'est en effet par exemple un moyen efficace pour diminuer les émissions de CO_2 tout en contribuant à valoriser des co-produits encore peu utilisés à l'échelle mondiale.

Influence de la (micro)fissuration

Le coefficient de diffusion n'est pas une propriété très sensible à l'ouverture des (micro)fissures (sensibilité d'ordre 1 contre 3 environ pour la perméabilité) ou à l'interconnexion de celles-ci. Les résultats des essais rapportés dans la littérature montrent que, si la fissuration est peu intense ou si les fissures sont nombreuses mais non connectées, l'effet sur la diffusion reste limité (voir par exemple [74] ou [82], où la fissuration est provoquée par un chargement mécanique en compression). Par contre, le coefficient de diffusion peut être multiplié par deux pour des fissures connectées d'ouverture environ 100 μm [82]. Toutefois, cette augmentation reste faible en comparaison de celle de la perméabilité (cf. § « Influence de la (micro)fissuration » p. 28).

Comme on pouvait s'y attendre, on ne constate donc pas d'effet notable de la microfissuration sur les résultats présentés ici, d'une part parce que les bétons étudiés sont très peu fissurés initialement [19], et d'autre part parce que la préparation et le préconditionnement des éprouvettes destinées à la mesure du coefficient de diffusion (cf. § « Essai de migration en régime non stationnaire » p. 18) ne sont pas de nature à générer une fissuration supplémentaire (contrairement au cas de la mesure de la perméabilité aux gaz).

Coefficient d'absorption capillaire

Les coefficients d'absorption capillaire C_a , calculés aux échéances de 1, 4, 8 et 24 heures selon la formule (5), (cf. § « Détermination du coefficient d'absorption capillaire », p. 21) au cours de l'essai

d'absorption d'eau, sont récapitulés dans le tableau IV pour les 15 bétons. Les valeurs à 24 heures sont également synthétisées dans le tableau V et présentées sur la figure 6 pour les 15 bétons en fonction de la résistance moyenne à la compression mesurée à 28 jours.

Il apparaît clairement sur la figure 6 que l'incorporation d'agent entraîneur d'air et d'additions (voir également tableau VI) réduisent le coefficient d'absorption capillaire, à résistance équivalente. L'effet des additions pouzzolaniques semble prépondérant devant celui du rapport E/C. L'effet de l'air entraîné peut s'expliquer par le fait que les bulles d'air, difficiles à saturer, gênent la progression d'un film liquide continu dans le matériau initialement « sec », et donc la progression du front d'absorption capillaire. De plus, l'incorporation d'additions minérales pouzzolaniques augmente la tortuosité du réseau des pores et rend donc les transferts plus difficiles (*cf.* § ci-dessous).

Analyse et interprétation de l'influence des additions pouzzolaniques sur les propriétés de transport

L'effet des additions pouzzolaniques (CV et FS) sur la structure poreuse et donc sur les propriétés de transport s'explique non seulement par un effet « filler » (qui est notable surtout pour les FS de dimensions environ 100 fois plus petites que celles des CV), mais également par les réactions chimiques qui interviennent. Tout d'abord, la réaction pouzzolanique consomme des cristaux de portlandite, qui peuvent être de grandes dimensions, pour former des C-S-H finement divisés et plutôt amorphes, contribuant par là à la densification de la microstructure. De plus, lorsque la quantité de cendres volantes (ou de laitier) augmente, les C-S-H à morphologie aciculaire (directionnelle) sont progressivement remplacés par des C-S-H à morphologie de type feuillet, beaucoup plus efficaces pour remplir les vides sans laisser de grands pores capillaires interconnectés [72]. En outre, les C-S-H supplémentaires se forment majoritairement à distance des grains de ciment [52] et donc à distance des C-S-H pseudomorphiques formés (à l'intérieur ou autour du contour initial des grains anhydres) par réaction topochimique avec le ciment [15]. Ces C-S-H supplémentaires créent donc des îlots solides, entre les grains partiellement hydratés ou les amas d'hydrates préexistants, qui accroissent la tortuosité du réseau des pores. Cette diminution du volume des vides et cette augmentation de la tortuosité ne concernent toutefois que les espaces autour des amas d'hydrates C-S-H. Cet effet influencera donc majoritairement les coefficients de diffusion et d'absorption capillaire, ce qui explique les faibles valeurs enregistrées. La perméabilité aux gaz ne sera affectée de façon notable qu'en l'absence d'un réseau connecté de taille supérieure (induit par la présence de microfissures, de bulles d'air ou de grands pores capillaires dus à un fort E/C) qui, sinon, contrôlera le transfert de gaz.

Cet effet physique lié aux réactions chimiques ne sera cependant effectif qu'une fois la réaction pouzzolanique amorcée, c'est-à-dire, pour les cendres volantes, plus tardivement que dans le cas des

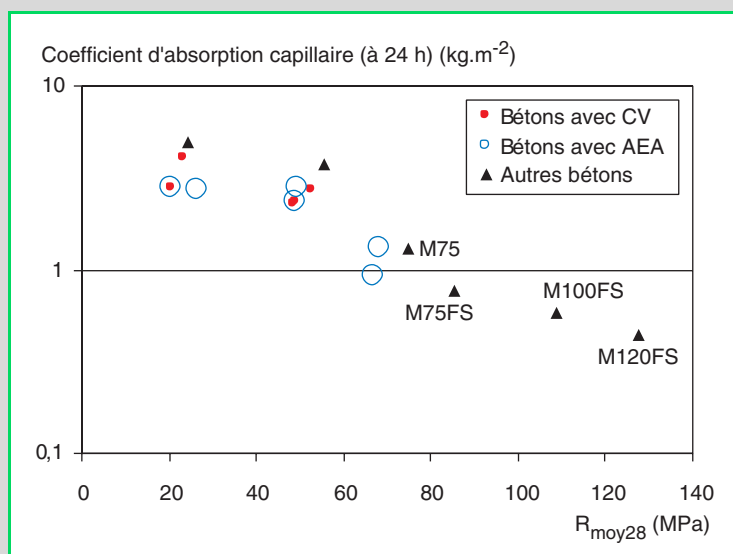


Fig. 6 - Coefficient d'absorption capillaire des 15 bétons à l'échéance de 24 heures, en fonction de la résistance moyenne à la compression mesurée à 28 jours.

TABLEAU VII

Classement des 15 bétons sur la base de la résistance moyenne à la compression à 28 jours, de la porosité accessible à l'eau [19], de la perméabilité apparente aux gaz (K_{gaz}), du coefficient de diffusion apparent des chlorures ($D_{\text{ns(mig)}}$) et du coefficient d'absorption capillaire (C_a), mesurés à 28 jours, et classements globaux

Classement « résistance mécanique »	Classement « poro. (eau) » ①	Classement « K_{gaz} ($s = 0$) » ②	Classement « K_{gaz} ($s = 6\%$) »	Classement « $D_{\text{ns(mig)}}$ » ③	Classement « C_a (24 h) » ④	Class. Global ⁽¹⁾ « corrosion- laboratoire n° 1 »	Class. Global ⁽²⁾ « corrosion- laboratoire n° 2 »
M25CVEA	M25CVEA	M25	M75EA	M25EA	M25	M25	M25
M25CV	M25	M75EA	M25CV	M25	M25CV	M25CVEA	M25CVEA
M25	M25CV	M25CVEA	M50CVEA	M25CV	M50	M25CV	M25CV
M25EA	M50	M75FSEA	M75FSEA	M50	M25CVEA	M25EA	M25EA
M30CV	M50CVEA	M50EA	M50EA	M25CVEA	M50EA	M50EA	M50EA
M50CVEA	M50CV	M50CVEA		M75	M50CV	M50	M75EA
M50EA	M25EA	M25CV		M50EA	M25EA	M75EA	M50
M50CV	M50EA	M75FS	M75FS	M75EA	M50CVEA	M50CVEA	M50CVEA
M50	M30CV	M25EA	M25EA	M50CV	M30CV	M50CV	M50CV
M75FSEA	M75	M75	M50CV	M30CV	M75EA	M75	M75
M75EA	M75EA	M50CV	M75	M50CVEA	M75	M75FSEA	M75FSEA
M75	M75FSEA	M50	M50	M75FS	M75FSEA	M30CV	M30CV
M75FS	M75FS	M30CV		M75FSEA	M75FS	M75FS	M75FS
M100FS	M100FS	M120FS	M120FS	M100FS	M100FS	M100FS	M100FS
M120FS	M120FS	M100FS	M100FS	M120FS	M120FS	M120FS	M120FS

(1) : Combine ①, ② et ③, avec des poids équivalents.

(2) : Combine ②, ③ et ④, avec des poids équivalents.

Cases grisées : bétons à hautes performances.

réactions d'hydratation du ciment et des réactions avec les fumées de silice (les cendres sont moins réactives que les fumées de silice [15]). Cet effet dépendra en outre de la quantité de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ préalablement formée. Donc, en cas de degré d'hydratation faible (résultat d'une dessiccation précoce par exemple) ou de quantité de ciment initiale faible, cet effet sera limité d'autant. Il dépendra également de la quantité d'eau présente et donc de l'humidité relative du milieu environnant.

Par ailleurs, la diffusion des chlorures dépend des interactions avec la matrice et des interactions électriques entre ces ions et les autres ions présents en solution ou adsorbés (double couche électrique [59], [12]). Ces interactions vont donc varier avec la composition de la phase liquide interstitielle du béton. Or, d'après la littérature (voir par exemple [52], [63]), dans les matériaux avec cendres volantes, la nature et la quantité des cations présents augmenteraient la résistance à la diffusion des anions chlorure. Cet effet contribue donc également à réduire le coefficient de diffusion des chlorures en présence de cendres volantes.

Comportement au gel

Teneur en air et facteur d'espacement des bulles d'air

Les valeurs du facteur d'espacement L_{barre} mesuré selon la méthode décrite au § « Méthode de mesure » p. 21 (valeurs obtenues à partir de deux éprouvettes), ainsi que les teneurs en air, sont présentées dans le tableau VIII. Les valeurs notées en italique dans le tableau VIII correspondent à des

essais complémentaires réalisés sur des éprouvettes issues de fabrications différentes. On notera au passage que la teneur en air calculée sur béton durci (*cf.* § « Méthode de mesure » p. 21) est systématiquement inférieure à celle mesurée sur béton frais, quand le béton contient de l'air entraîné.

TABLEAU VIII

Teneur en air, facteur d'espacement des bulles d'air (L_{barre}), allongement relatif et rapport des carrés des fréquences de résonance après 300 cycles de gel-dégel (selon la norme P 18-424), et masse cumulée d'écaillage après 56 cycles de gel-dégel en présence de sels (selon la norme XP P 18-420), pour les 15 formules de béton. Comparaison avec d'autres bétons

Béton	E/C	E/liant	R_{moy28} (MPa)	Teneur en air mesurée (1) (%)	Teneur en air calculée (2) (%)	L_{barre} (μm)	Allon- gement relatif après 300 cycles $\Delta\ell/\ell$ ($\mu\text{m}/\text{m}$)	Rapport des carrés des fréquences de résonance après 300 cycles (f_1^2/f_0^2) $\times 100$ (-)	Masse cumul. d'écaillage après 56 cycles M (g.m ⁻²)
M25CVEA	0,84	0,67	20,5	7,6	6,6	113	122	93,5	395
M25CV	0,96	0,77	23,5	0,6	1,1	447	2 735,8	4,9	2 307
M25	0,84	0,84	24,5	0,9	2,4	491	>> 614(*)	<< 85	1 542
M25EA	0,70	0,70	26,8	7,5	4,1	138	167,5	99,1	675
M30CV	0,74	0,52	48,5	0,7	1,2	546	3 186,7	2,7	6285
M50CVEA	0,45	0,36	49,0	5,0	2,9	169	- 11,7	100,0	265
M50EA	0,39	0,39	49,5	7,2	3,0	158	- 150,8	98,8	95
M50CV	0,56	0,45	53,0	1,1	2,2	835	8 889,2(*)	8,4(*)	1 484
M50-1	0,48	0,48	55,5	1,1	1,0	755	140,8	94,6	535
M50-2	0,48	0,48	55,5	1,0	1,4	493	—	—	414
M75FSEA	0,34	0,32	67,0	5,1	5,3	200	52,5	97,0	172
M75EA	0,27	0,27	68,5	6,7	5,1	140	- 48,3	100,0	646
M75	0,32	0,32	75,0	0,6	0,7	560	30,8	100,0	682
M75FS	0,38	0,36	85,5	0,5	0,8	586	98,3	99,0	2 189
M100FS-1	0,33	0,30	109,0	0,7	0,6	506	856,7(*)	63,9(*)	946
M100FS-2	0,33	0,30	109,0	0,7	1,4	608	2 137,5(*)	30,6(*)	360
M120FS	0,26	0,23	127,5	0,8	0,8	701	25,0	97,0	89
BO	0,49	0,49	53,0	2,1	—	463	—	—	638
BH	0,27	0,24	115,5	0,7	—	1 000	—	—	29
B60	0,44	0,44	63,0	—	—	—	—	—	182
B60FS	0,49	0,46	69,6	1,0	—	—	—	—	878
B70FS	0,41	0,37	76,5	1,3	—	—	—	—	1 848
B80	0,34	0,34	90,0	1,3	—	—	—	—	275

(1) : Sur béton frais (à l'aide d'un aéromètre, selon la norme P18-353), lors de la fabrication des éprouvettes.

(2) : Sur béton durci (par microscopie, sur sections polies).

(*) : Au moins 1 éprouvette entièrement dégradée avant 300 cycles.

Cases grisées : formules avec agent entraîneur d'air.

Valeurs en italique : essais complémentaires effectués sur éprouvettes issues de fabrications différentes.

Valeurs en gras : valeurs au-delà du seuil spécifié [71].

Cette constatation est classique et n'est pas surprenante dans la mesure où le calcul sur béton durci est mené à partir de la section des bulles d'air observables au microscope sur une tranche de béton et en appliquant le principe de la stéréologie.

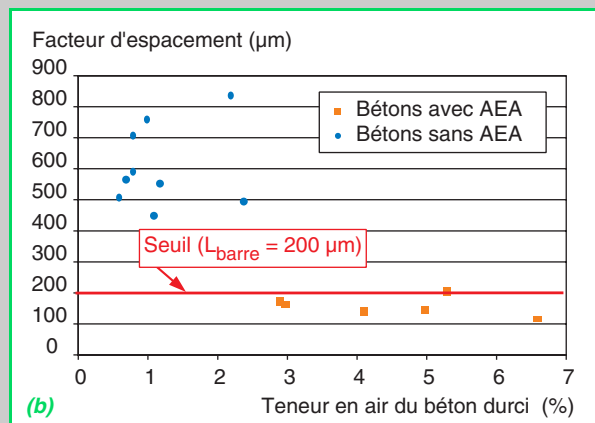
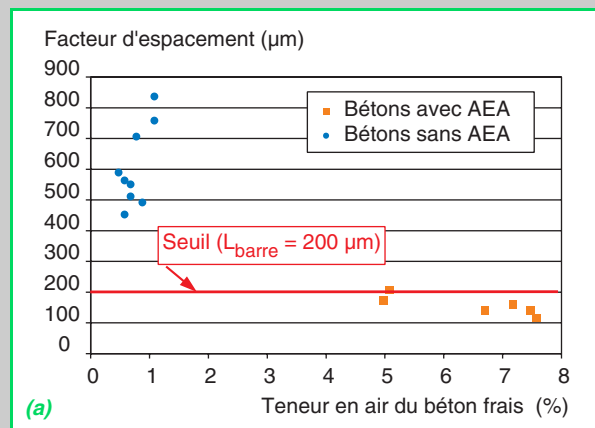
Deux classes sont clairement mises en évidence pour le facteur d'espacement L_{barre} en fonction de la teneur en air du béton frais ou du béton durci (cf. fig. 7a et 7b, respectivement). Elles correspondent aux bétons avec et sans agent entraîneur d'air. Il est important de rappeler que l'utilisation de L_{barre} à des fins de caractérisation ou de prévision de la résistance au gel n'est valable que pour les bétons avec AEA, selon [71]. On trouve que dans l'ensemble L_{barre} décroît lorsque la teneur en air du béton frais (avec AEA) augmente.

Comme l'illustre la figure 8, toutes les valeurs de L_{barre} mesurées dans le cas des bétons avec agent entraîneur d'air (cases grisées dans le tableau VIII) sont faibles ($L_{\text{barre}} \leq 200 \mu\text{m}$) et sont conformes aux spécifications relatives au cas du gel en présence de sels (cf. tableau II, [71]). Ces valeurs correspondent à des teneurs en air supérieures ou égales à 5,0 %, lorsque la mesure est faite sur béton frais, et à 3,0 %, lorsque la mesure est faite sur béton durci (cf. tableau VIII et fig. 7). On en déduit directement que les bétons correspondants sont *a priori* résistants aux cycles de gel-dégel (sans sels) [71].

Par contre, tous les bétons formulés sans agent entraîneur d'air ont des valeurs de L_{barre} élevées (entre environ 450 et 800 μm , cf. tableau VIII et fig. 8). Les valeurs de facteur d'espacement les plus élevées sont obtenues avec le M50CV (835 μm), le M120FS (701 μm) et le M50 (624 μm en moyenne). Les valeurs de L_{barre} obtenues sur les bétons formulés sans AEA correspondent à des teneurs en air inférieures ou égales à 1,1 %, lorsque la mesure est faite sur béton frais, et à 2,4 %, lorsque la mesure est faite sur béton durci (cf. tableau VIII et fig. 7), donc à des valeurs particulièrement faibles. Les adjuvants superplastifiants ou retardateurs utilisés ici entraînent donc visiblement peu d'air et la courbe granulométrique du sable utilisé ne favorise pas l'occlusion d'air. Aucune conclusion vis-à-vis de la tenue au gel de ces bétons ne peut néanmoins être tirée, compte tenu de la remarque précédemment faite concernant l'utilisation du facteur d'espacement à des fins

Fig. 7 - Facteur d'espacement L_{barre} des bulles d'air en fonction de la teneur en air évaluée sur béton frais (a) et sur béton durci (b), pour les 15 formules de béton.

Pour les formules M50 et M100FS, seules figurent dans ce graphique les fabrications 1 (M50-1 et M100FS-1).



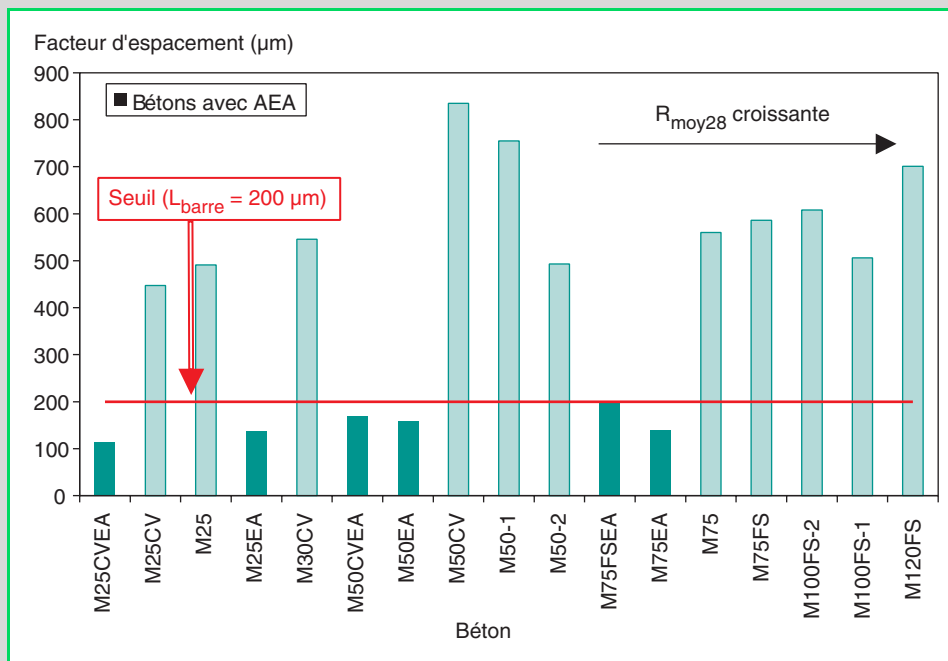


Fig. 8 - Facteur d'espacement L_{barre} des bulles d'air en fonction de la formule de béton.

de prévision. De plus, la notion même de facteur d'espacement des bulles d'air peut être contestable lorsque la teneur en air est inférieure à 3 %. Il peut en effet exister dans ce cas un écart important entre les valeurs obtenues sur les deux éprouvettes testées, la distribution surfacique et volumique des bulles pouvant fortement varier d'un échantillon à l'autre [44].

Résistance aux cycles de gel-dégel sans sels (gel interne)

Les valeurs d'allongement relatif et de rapport des carrés des fréquences de résonance, obtenues après 300 cycles de gel-dégel selon la procédure décrite au § « Évaluation de la résistance aux cycles de gel-dégel sans sels (gel interne) » p. 22 (valeurs moyennes sur 3 éprouvettes), sont rassemblées dans le tableau VIII et sur la figure 9 pour les 15 bétons. L'allongement relatif mesuré après 300 cycles de gel-dégel est également présenté en fonction du facteur d'espacement sur la figure 10.

On constate une bonne concordance entre les résultats d'allongement relatif et de fréquence de résonance, conduisant à penser que la caractérisation vis-à-vis de la résistance au gel pourrait éventuellement être fondée uniquement sur l'un des deux types de mesure. Toutefois, les classements des bétons, établis sur la base des résultats de ces deux types de mesure, ne sont pas identiques. On notera en outre que les avis sont partagés quant à la fiabilité et la sensibilité relatives des mesures de fréquence de résonance et d'allongement relatif.

Les valeurs obtenues à l'issue des 300 cycles de gel-dégel selon la norme P 18-424 sur les bétons avec agent entraîneur d'air sont conformes aux spécifications (cf. tableau II, [71]). Les bétons correspondants sont donc considérés comme résistants aux cycles de gel-dégel sans sels (gel interne) malgré, pour certains d'entre eux, une valeur de E/C (ou de E/liant) élevée et se situant au-delà de la limite préconisée [71]. L'effet bénéfique de l'incorporation d'air entraîné est clairement mis en évidence ici sur toute la gamme de bétons testés, confirmant une fois de plus le rôle fondamental des caractéristiques du système de bulles d'air sur le comportement au gel. En particulier, des valeurs négatives d'allongement sont enregistrées avec les bétons M50EA, M50CUEA et M75EA. Ces valeurs négatives intègrent non seulement un retrait thermique, mais aussi (et surtout) le retrait hydrique dû à la désorption de l'eau des pores du gel d'hydrates C-S-H, qui migre vers les bulles ou les pores situés entre les grains de ciment partiellement hydratés et les amas d'hydrates, où la teneur en glace est plus élevée (et donc la teneur en eau liquide plus faible). On notera que l'adjuvant entraîneur d'air reste efficace ici en présence de cendres volantes (cf. § « Influence des additions pouzzolaniques en présence d'air » p. 46), bien que le carbone imbrûlé contenu dans certaines cendres soit

réputé comme susceptible de modifier l'efficacité de ces adjuvants en piégeant une fraction de la quantité d'air entraîné.

Parmi les bétons sans air entraîné, on observe qu'aucun béton de la gamme des M25 ne résiste, qu'un béton ordinaire est résistant (M50) et que tous les BHP, à l'exception du béton M100FS, résistent à l'essai de gel selon la norme P 18-424 (cf. fig. 10, zones ② et ③ du graphique). Les résultats obtenus sur les bétons ordinaires sont tout à fait classiques. Ils confirment que les bétons ayant un

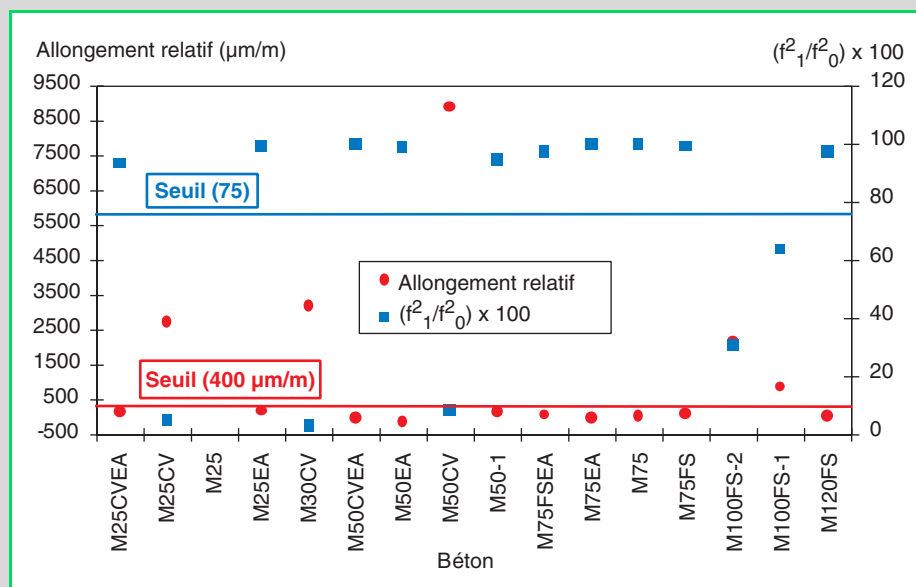


Fig. 9 - Valeurs d'allongement relatif et de rapport des carrés des fréquences de résonance obtenues à l'issue des 300 cycles de gel-dégel (sans sels) selon la norme P 18-424 pour les 15 formules de béton.

Les résultats relatifs au béton M25, dont l'une des éprouvettes a été entièrement dégradée au cours de l'essai, ne figurent pas sur le graphique.

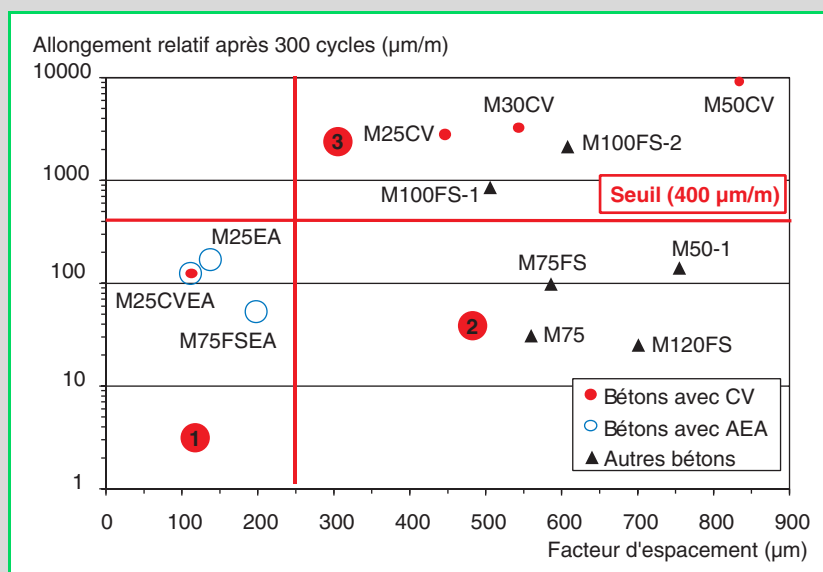


Fig. 10 - Allongement relatif obtenu à l'issue des 300 cycles de gel-dégel (sans sels) selon la norme P 18-424 pour les 15 formules de béton, en fonction du facteur d'espacement des bulles d'air.

- Les bétons M50EA, M50CVEA et M75EA, ayant un allongement relatif négatif (retrait), ne figurent pas sur le graphique, mais sont inclus dans la zone ①.
- Le béton M25, dont l'une des éprouvettes a été entièrement dégradée au cours de l'essai, ne figure pas sur le graphique, mais est inclus dans la zone ③.

rapport E/liant supérieur à 0,50 ne résistent pas au gel sans sels [71]. En l'absence de sels, on retrouve dans cette étude que, dans la plupart des cas, les BHP ne nécessitent pas d'air entraîné pour présenter un bon comportement vis-à-vis des cycles de gel-dégel selon la norme P 18-424, mais que ce bon comportement n'est pas systématique. Le cas des bétons à hautes performances, et en particulier du béton M100FS, sera examiné plus en détails au § « Analyse et interprétation du comportement au gel des BHP (en présence ou non de sels) » p. 47. Ajoutons que les résultats expérimentaux rapportés dans la littérature (voir par exemple [73]) montrent que les BHP résistent systématiquement aux cycles de gel-dégel selon la norme P 18-425 (gel dans l'air – dégel dans l'eau, [5]) qui correspond à des conditions moins sévères que celles relatives à la norme P 18-424. Par ailleurs, les résultats obtenus ici justifient le fait que le béton M50 ($R_{moy28} = 55,5$ MPa), considéré comme un béton ordinaire selon le BAEL et le BPEL, et donc vis-à-vis de la durabilité en général, entre dans la catégorie des bétons à hautes performances au sens des *Recommandations pour la durabilité des bétons durcis soumis au gel* (ou en tout cas soit à la limite, fixée à $f_{c28} = 50$ MPa) [71]. On notera cependant que le choix de cette limite dans [71] résultait de la difficulté à formuler des bétons de résistance supérieure à 50 MPa avec air entraîné. Enfin, la figure 10 (zone ③ du graphique) illustre que les bétons sans AEA incorporant des cendres volantes (ici 25 ou 43 % par rapport à la masse de ciment) ont un comportement au gel particulièrement mauvais. Ce comportement sera analysé au § « Influence des cendres volantes en l'absence d'entraîneur d'air » p. 43.

Les résultats expérimentaux obtenus pour le facteur d'espacement (cf. § « Teneur en air et facteur d'espacement des bulles d'air » p. 32) sont cohérents avec ceux de l'essai selon la norme P 18-424 (cf. fig. 10, zones ① et ③ du graphique), excepté pour les bétons M50-1, M75, M75FS et M120FS qui ont un bon comportement lors de l'essai malgré un L_{barre} élevé (cf. fig. 10, zone ② du graphique). Donc, les spécifications sur le facteur d'espacement apparaissent comme un bon critère (suffisant) pour assurer la résistance au gel sans sels, au sens des *Recommandations* [71], des bétons ordinaires même sans AEA, sous réserve que l'essai normalisé soit révélateur de la résistance réelle et que les autres spécifications soient respectées (relatives par exemple à la gélivité, la friabilité, au module de finesse,..., des granulats).

Résistance à l'écaillage et aux cycles de gel-dégel en présence de sels

Essai d'écaillage : cinétiques de dégradation des bétons

La masse cumulée d'écaillage des bétons ordinaires avec ou sans agent entraîneur d'air, déterminée conformément à la procédure décrite au § « Évaluation de la résistance à l'écaillage » p. 22 (médiane correspondant à la moyenne des deux valeurs restant après avoir éliminé les deux valeurs extrêmes obtenues pour les quatre éprouvettes testées) est présentée en figure 11, en fonction du nombre de cycles de l'essai d'écaillage. Les résultats obtenus avec le béton M30CV ne sont pas reportés sur le graphique afin que ce dernier reste lisible, vu les très fortes valeurs obtenues dans le cas de ce matériau (cf. tableau VIII). Sur cette figure, les résultats sont comparés à ceux obtenus pour un béton (ordinaire) sans air entraîné BO ($E/C = 0,49$; $R_{moy28} = 53,0$ MPa ; porosité accessible à l'eau = 12,4 % à 28 jours), préparé avec des constituants différents de ceux de la série de bétons étudiée ici mais identiques à ceux de BH (cf. § « Influence du taux de saturation » p. 23). Dans la figure 12, la masse cumulée d'écaillage des bétons à hautes performances avec ou sans agent entraîneur d'air et du béton M50 est comparée, en fonction du nombre de cycles de l'essai d'écaillage, à celle du béton à (très) hautes performances BH. L'analyse des cinétiques de dégradation des matériaux, illustrées par ces courbes, fournit plus d'informations et facilite la comparaison entre matériaux, comparativement aux seules valeurs d'écaillage obtenues à l'issue des 56 cycles de l'essai (cf. tableau VIII).

Pour les BHP et les bétons de la gamme M50, que les bétons contiennent ou non de l'air entraîné, on observe systématiquement que les détériorations augmentent presque linéairement en fonction du nombre de cycles (la masse cumulée d'écaillage devient proportionnelle au nombre de cycles) jusqu'à la fin de l'essai, après un démarrage (plus ou moins) lent (cf. fig. 12). Cette proportionnalité a également été mise en évidence par d'autres auteurs, notamment sur des mortiers par Lindmark [53]. Cette tendance, apparemment indépendante du système de bulles d'air, est sans doute liée à une saturation progressive du réseau poreux en direction du cœur de l'éprouvette. En effet, quand les échantillons ont une faible teneur en eau initiale (E/C), une faible porosité et un faible rayon de pores moyen, la quantité d'eau gelable présente initialement dans le réseau des pores est trop faible pour que les pressions générées par la formation et la croissance des cristaux de glace soient délétè-

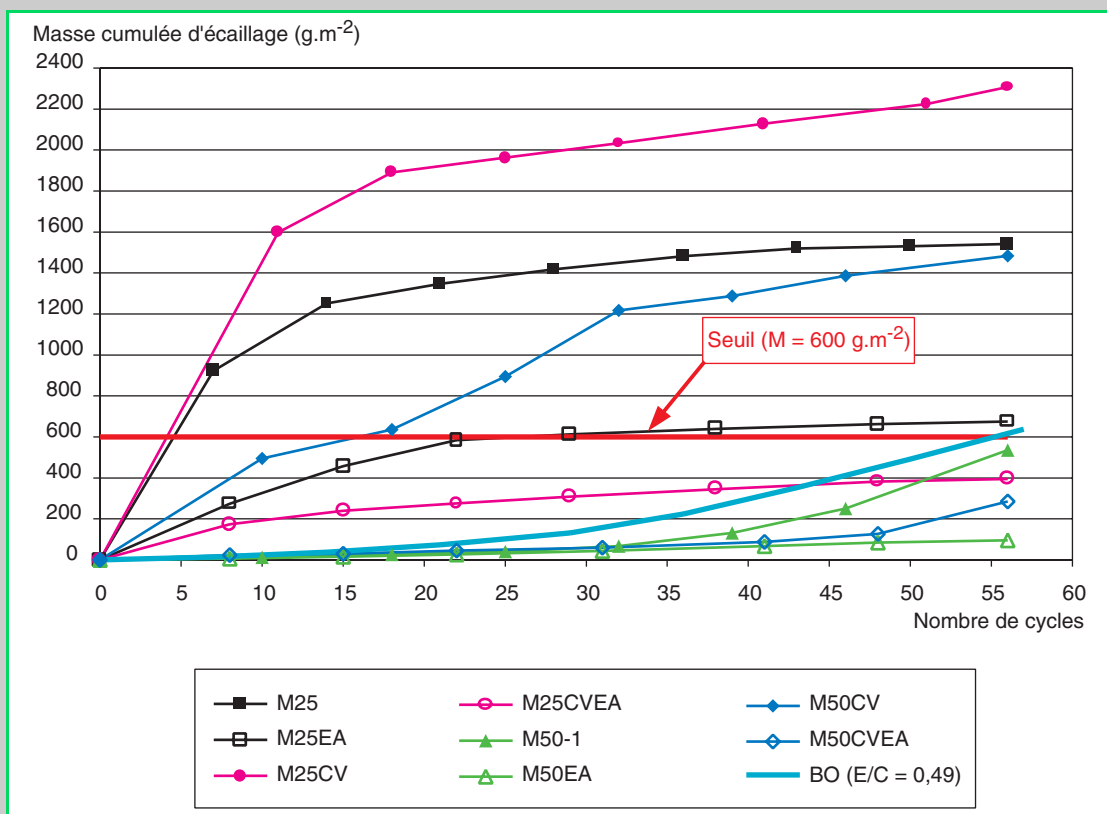


Fig. 11 - Masse cumulée d'écaillage des bétons ordinaires de la série, en fonction du nombre de cycles de l'essai selon la norme XP P 18-420, et comparaison avec le béton BO.

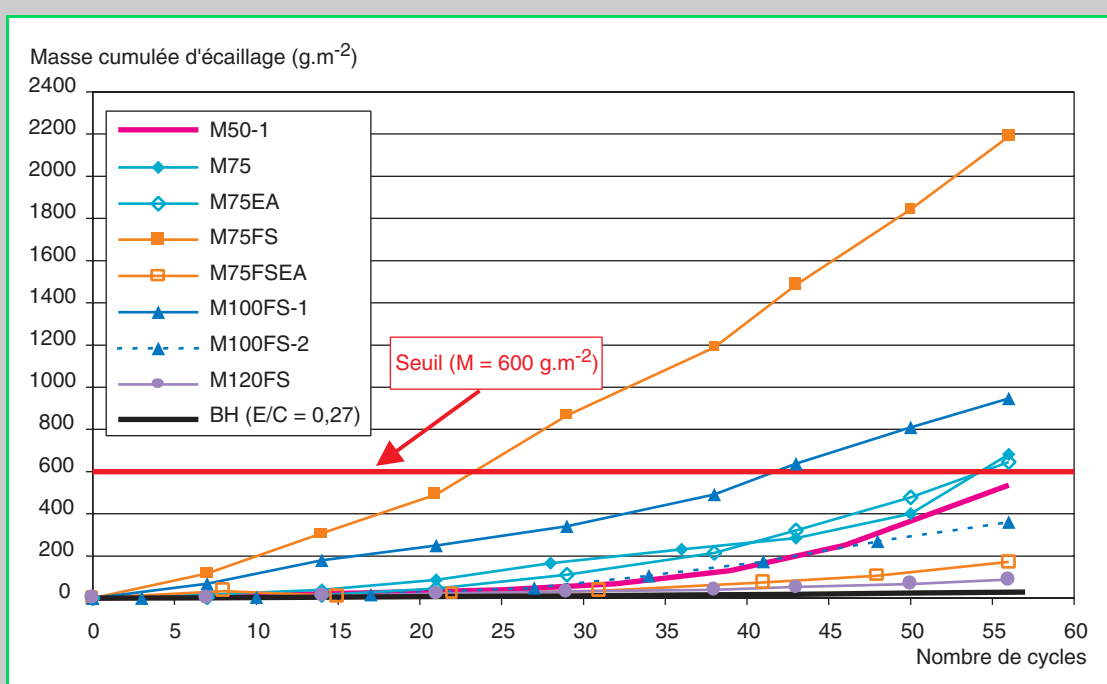


Fig. 12 - Masse cumulée d'écaillage des bétons à hautes performances de la série et du béton ordinaire M50, en fonction du nombre de cycles de l'essai selon la norme XP P 18-420, et comparaison avec le béton BH.

res, en particulier si les échantillons n'ont pas été soumis à un processus de saturation sous vide. Quand le nombre de cycles augmente, de l'eau s'accumule dans les échantillons notamment en zone superficielle, les cristaux de glace grossissent et les détériorations s'amplifient. Ces dernières deviennent donc observables à l'échelle macroscopique. Cette pénétration d'eau, sans doute facilitée par l'altération de la microstructure et la création de (micro)fissures, peut résulter de :

- la succion induite par la formation de glace au cours des phases à température négative,
- la pénétration de sels dans le matériau (induisant une augmentation de la concentration ionique),
- la sorption due à un état de saturation initial seulement partiel des échantillons, conséquence de l'autodessiccation et du mode de préconditionnement des éprouvettes (*cf.* § « Préparation et préconditionnement des éprouvettes » p. 23). Rappelons que l'autodessiccation correspond à la diminution de l'humidité relative régnant dans la phase gazeuse du réseau des vides en l'absence d'échanges hydriques avec le milieu environnant. Ce phénomène, induit par l'hydratation du ciment, se produit dans les matériaux gâchés avec une faible quantité d'eau (E/C initial faible) [15].

La pénétration d'eau reste limitée ici à la zone superficielle du fait de la grande compacité du matériau.

Pour les bétons de la gamme M25, la concavité de la courbe au démarrage de l'essai est inversée : des dégradations importantes surviennent très rapidement, puis les dégradations ralentissent nettement (*cf.* fig. 11). Il en est de même pour le béton M30CV qui ne figure pas sur le graphique. Ces deux traits du comportement des bétons « bas de gamme » peuvent s'expliquer par :

- une saturation complète effective des éprouvettes au démarrage de l'essai, en tout cas dans l'épaisseur concernée par l'écaillage,
- une concentration ionique qui augmente très rapidement et tend à s'homogénéiser en direction du cœur de l'éprouvette dès les premiers cycles (matériau poreux),
- l'existence d'un gradient de propriétés très marqué en fonction de la profondeur, en particulier pour les caractéristiques microstructurales (hétérogénéité du matériau).

Essai d'écaillage : résultats obtenus à l'issue des 56 cycles

La masse cumulée d'écaillage à l'issue des 56 cycles est reportée dans le tableau VIII, sur la figure 13 en fonction de la formule de béton et sur la figure 14 en fonction du facteur d'espacement des bulles d'air.

Lors de cycles de gel-dégel en présence de sels réalisés selon la norme XP P 18-420, la résistance à l'écaillage des BHP sans air entraîné peut être très bonne (voir par exemple les synthèses bibliographiques incluses dans [41], [26], [44] ou [73]). C'est le cas ici du M120FS et des bétons BH, B60

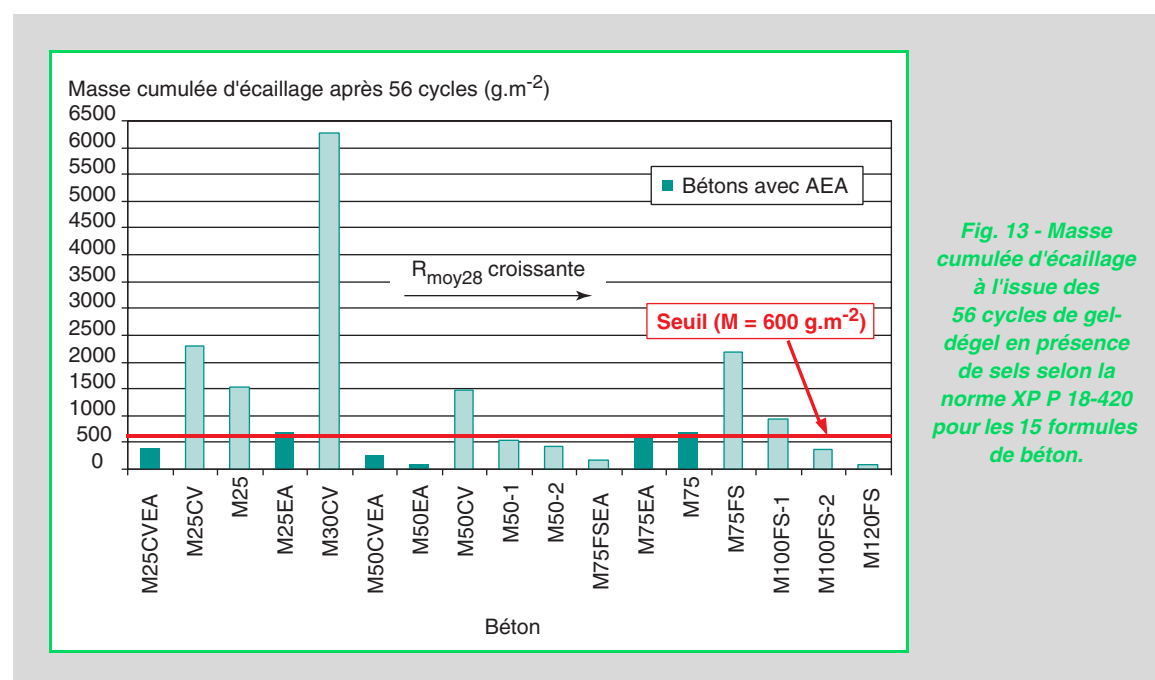


Fig. 13 - Masse cumulée d'écaillage à l'issue des 56 cycles de gel-dégel en présence de sels selon la norme XP P 18-420 pour les 15 formules de béton.

et B80, testés à titre comparatif, avec des masses cumulées d'écaillage à l'issue des 56 cycles respectivement égales à 89, 29, 182 et 275 g.m⁻². Cependant, la résistance n'est pas systématique. Ainsi, le béton M75 est en limite supérieure, le béton M100FS présente un comportement variable suivant les fabrications (la fabrication 1 ne résiste pas, cf. § « Analyse et interprétation du comportement au gel des BHP (en présence ou non de sels) » p. 47) et la valeur particulièrement élevée obtenue pour le M75FS (2189 g.m⁻²) témoigne que l'on peut même enregistrer un mauvais comportement pour certains BHP. Toutefois, le comportement lors de l'essai d'écaillage des quatre bétons à hautes performances sans air entraîné M75, M75FS, M100FS et M120FS de la série était prévisible dans la mesure où celui-ci est cohérent avec le fait que seul le béton M120FS (E/C = 0,26 ; E/liant = 0,23) a un rapport E/C (ou E/liant) strictement inférieur à la limite communément admise pour que les bétons résistent au gel lorsqu'ils ne respectent pas la spécification sur le L_{barre} (par exemple, E_{eff}/C < 0,32 [71] ou encore E/liant ≤ 0,30 [27], [41], [9], [53]). Cette tendance est confirmée par les résultats obtenus avec le béton BH (E/C = 0,27 ; E/liant = 0,24) testé à titre comparatif, et qui est résistant.

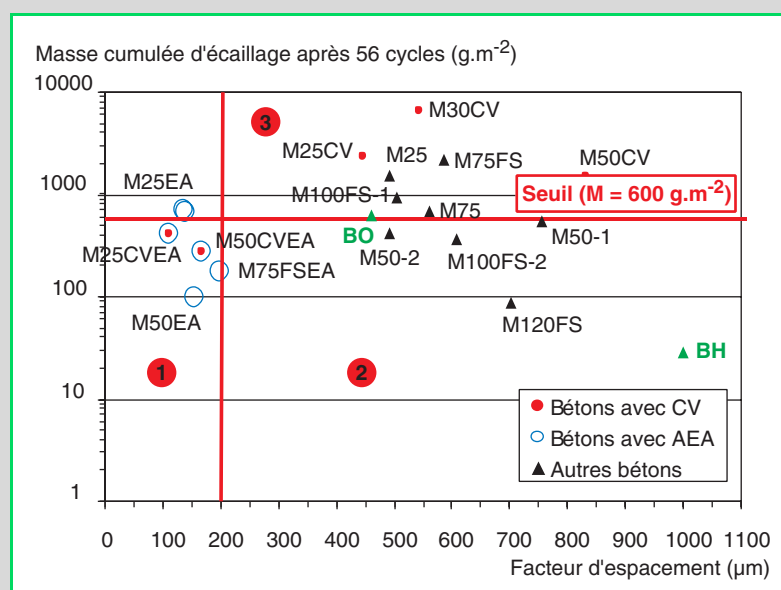
Parmi les bétons ordinaires sans air entraîné, seul le béton M50 (fabrications 1 et 2 ; E/C = 0,48) est résistant (les masses cumulées d'écaillage à l'issue des 56 cycles sont respectivement de 535 et de 396 g.m⁻²) mais n'est pas très loin du seuil. Le béton BO (E/C = 0,49), de la même gamme que le M50 et testé à titre de comparaison, franchit quant à lui légèrement la limite (masse cumulée d'écaillage à l'issue des 56 cycles de 638 g.m⁻²). Donc, dans cette gamme de bétons ordinaires de très bonne qualité, on se trouve visiblement à la limite de la résistance sans air entraîné. La résistance n'est pas systématique et dépendra beaucoup de la composition des matériaux. On retrouve sur ces résultats la cohérence avec le fait que ces bétons soient considérés comme étant à la limite des BHP vis-à-vis du comportement au gel (cf. § « Résistance aux cycles de gel-dégel sans sels (gel interne) » p. 35 [71]). D'autre part, on observe également dans le cas de l'essai selon la norme XP P 18-420 un très mauvais comportement des bétons avec cendres volantes (cf. fig. 14, zone ③ du graphique, et § « Influence des cendres volantes en l'absence d'entraîneur d'air » p. 43).

Sur les six bétons formulés avec agent entraîneur d'air et avec L_{barre} ≤ 200 µm, la masse cumulée d'écaillage obtenue au terme des 56 cycles est conforme aux spécifications (inférieure à 600 g.m⁻², cf. tableau II, [71]) pour quatre d'entre eux seulement. Toutefois, la valeur obtenue sur les deux autres bétons M25EA et M75EA ne dépasse le seuil que légèrement (cf. fig. 14).

Résistance aux cycles de gel-dégel en présence de sels

Au total, parmi les bétons sans air entraîné, seuls le béton ordinaire M50 et le béton à (très) hautes performances M120FS résistent à la fois aux cycles de gel-dégel selon la norme XP P 18-420 et selon la norme P 18-424, c'est-à-dire aux cycles de gel-dégel en présence de sels (cf. fig. 10 et 14,

Fig. 14 - Masse cumulée d'écaillage à l'issue des 56 cycles de gel-dégel en présence de sels selon la norme XP P 18-420, en fonction du facteur d'espacement des bulles d'air, pour les 15 formules de béton. Comparaison avec les bétons BO et BH.



zone ② des graphiques). On notera en particulier le mauvais comportement des bétons de résistance < 50 MPa.

L'efficacité de l'incorporation d'air entraîné est moins systématique en présence de sels. En effet, parmi les six bétons avec agent entraîneur d'air, seuls les quatre bétons M25CVEA, M50EA, M50CVEA et M75FSEA résistent aux cycles de gel-dégel en présence de sels (c'est-à-dire résistance aux essais selon la norme XP P 18-420 et la norme P 18-424). Toutefois, on notera que le béton M25CVEA est résistant malgré un rapport E/liant > 0,45 et l'incorporation de 26 % de cendres volantes, mettant ainsi en évidence l'influence prépondérante du paramètre agent entraîneur d'air (et L_{barre}) par rapport au paramètre E/C (ou E/liant) et à la présence de cendres volantes (à la teneur considérée : environ 25 %), vis-à-vis de la résistance aux cycles de gel-dégel en présence ou non de sels.

Essai d'écaillage : dispersion des résultats obtenus sur des éprouvettes issues d'une même fabrication

Il est important de revenir sur la dispersion des résultats de l'essai d'écaillage. Même pour des formules déclarées résistantes à l'issue de l'essai d'écaillage et dont la masse cumulée d'écaillage (médiane) présente peu de dispersion selon les fabrications (exemple du béton M50 sur la figure 15 donnant la masse cumulée d'écaillage en fonction du nombre de cycles de l'essai normalisé pour deux fabrications de ce béton), au moins une éprouvette sur les quatre testées pour une même fabrication est susceptible de présenter une dégradation nettement plus importante que les autres et même de dépasser le seuil. Cela est illustré en figure 16 (respectivement en fig. 17a et 17b), où la masse cumulée d'écaillage de chacune des quatre éprouvettes de la fabrication 1 de béton M50 (respectivement des fabrications 1 et 2 de béton M100FS) est présentée en fonction du nombre de cycles de l'essai normalisé.

Différents facteurs peuvent contribuer à ce phénomène constaté classiquement. Ce sont tous ceux qui sont susceptibles d'engendrer des hétérogénéités dans le matériau (notamment au voisinage de la surface exposée) et d'une éprouvette à l'autre.

C'est le cas tout d'abord de l'incorporation de cendres volantes (cf. § « Analyse et interprétation de l'influence des additions pouzzolaniques sur la résistance aux cycles de gel-dégel (avec ou sans sels) » p. 43) : les plus fortes dispersions sont obtenues avec ces bétons. On notera que l'on enregistre par contre ici peu de dispersion avec les BHP, excepté avec le béton M75FSEA qui présente beaucoup d'hétérogénéités, comme cela a déjà été mentionné dans cet article (cf. § « Influence des paramètres de formulation » p. 26). La faible dispersion observée sur les BHP ne présente toutefois pas un caractère général, en particulier lorsque les BHP contiennent des fumées de silice.

Un autre facteur favorisant la dispersion concerne l'état de la zone superficielle des éprouvettes, paramètre fondamental vis-à-vis du comportement à l'écaillage, et qui peut être très variable du fait

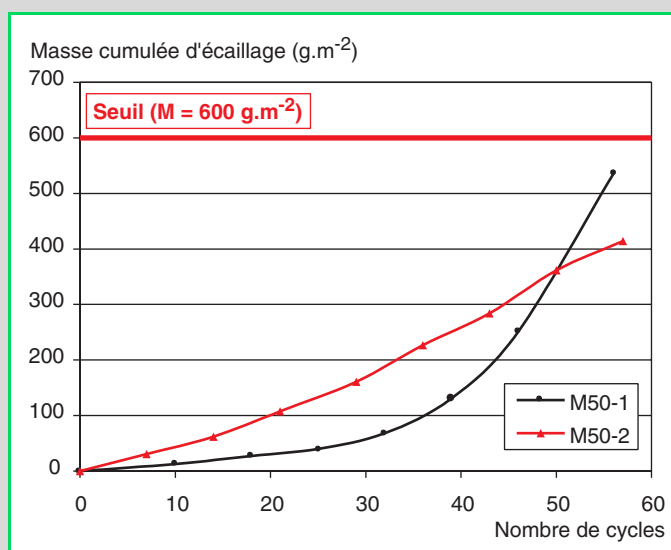


Fig. 15 - Masse cumulée d'écaillage de deux fabrications de béton M50, en fonction du nombre de cycles de l'essai selon la norme XP P 18-420.

Fig. 16 - Masse cumulée d'écaillage des quatre éprouvettes d'une même fabrication de béton M50 (fabrication 1), en fonction du nombre de cycles de l'essai selon la norme XP P 18-420.

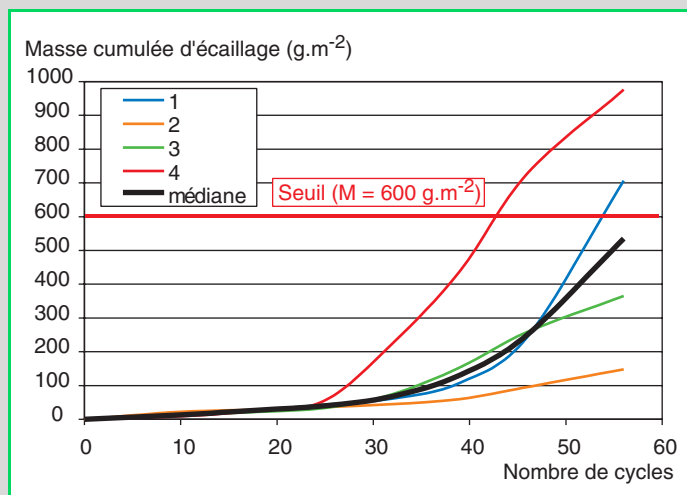
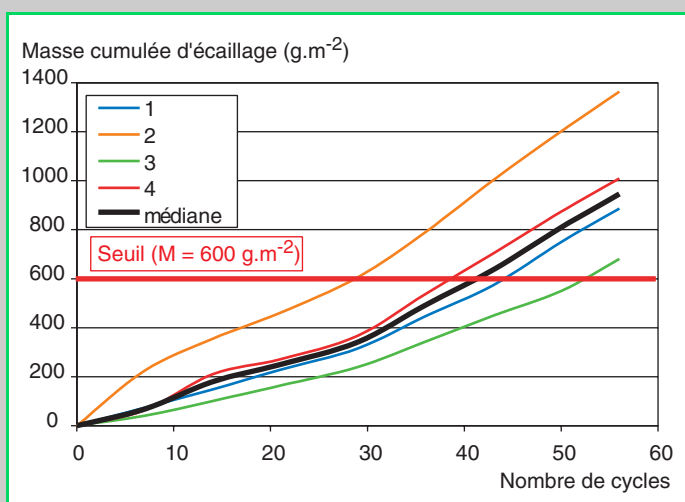
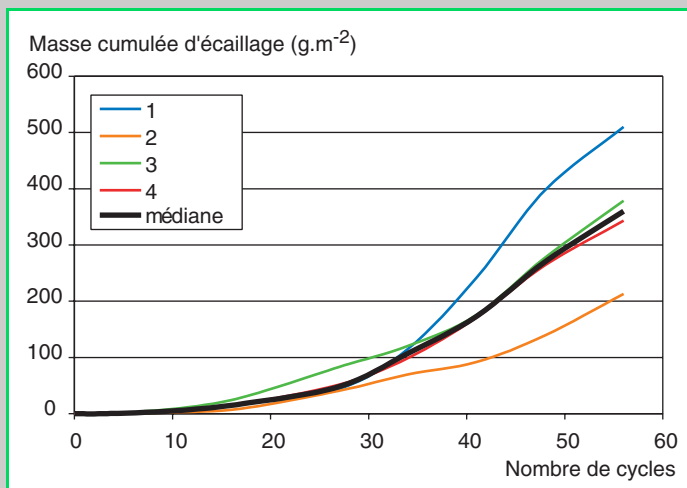


Fig. 17 - Masse cumulée d'écaillage des quatre éprouvettes d'une même fabrication de béton M100FS, en fonction du nombre de cycles de l'essai selon la norme XP P 18-420.



a) M100FS-1.

b) M100FS-2.



de l'effet de paroi, de la vibration ou de l'utilisation d'huile de décoffrage, par exemple. La comparaison avec des résultats obtenus sur surface sciée n'a cependant pas mis en évidence de tendance systématique : on ne note pas d'amélioration de la reproductibilité de l'essai, ni de la résistance du béton à l'écaillage, en travaillant à cœur [44].

En ce qui concerne l'incorporation d'air entraîné (cf. § « Teneur en air et facteur d'espacement des bulles d'air » p. 32), tout d'abord la taille des bulles et leur répartition, dans un échantillon donné, ne sont pas uniformes dans une section à une profondeur donnée (la taille moyenne est généralement comprise entre 30 et 80 μm). De plus, il peut exister un gradient de facteur d'espacement en fonction de la profondeur (voir l'exemple de l'échantillon de M75FSEA analysé dans la référence [44]). En outre, de grandes différences peuvent être enregistrées d'un échantillon à l'autre. Enfin, si l'on considère le système de bulles d'air des bétons sans air entraîné, on constate naturellement que les hétérogénéités sont accrues par rapport aux bétons avec agent entraîneur d'air.

On notera par ailleurs qu'il faut s'attendre à une dispersion non négligeable lorsque l'essai d'écaillage est réalisé sur des éprouvettes issues de fabrications différentes. En effet, les tendances décrites dans cet article peuvent varier significativement selon les fabrications, pour certains types de bétons. Cette variabilité résulte à la fois des conditions de l'essai et des paramètres liés au matériau. Par exemple, une légère évolution des constituants du béton (agents de mouture du ciment, etc.), tout à fait envisageable d'une fabrication à l'autre surtout si celles-ci sont espacées dans le temps, peut suffire à modifier le comportement à l'écaillage des matériaux.

Analyse et interprétation de l'influence des additions pouzzolaniques sur la résistance aux cycles de gel-dégel (avec ou sans sels)

Influence des cendres volantes en l'absence d'entraîneur d'air

Lorsque l'on compare les bétons M50 et M50CV, on constate que la résistance aux cycles de gel-dégel chute de façon notable lorsque l'on incorpore des cendres volantes, pour un même niveau de résistance (cf. tableau IX). De plus, le béton M30CV, contenant une forte teneur en cendres (43 %), a la plus mauvaise résistance aux cycles de gel-dégel en présence de sels, ainsi que la plus mauvaise résistance aux cycles de gel-dégel sans sels après les bétons M25 et M50CV (cf. tableau X).

Pour expliquer cette influence négative et compte tenu de ce qui a été dit au § « Analyse et interprétation de l'influence des additions pouzzolaniques sur les propriétés de transport » p. 31, on peut tout d'abord avancer que les bétons M50CV et surtout M30CV présentent une perméabilité trop faible qui gêne les mouvements d'eau (absence de macroporosité et d'un système de bulles d'air performant, alliée à la tortuosité du réseau des pores), alors que leur quantité d'eau « rapidement » gelable est élevée et que leur résistance mécanique modérée ne permet pas de supporter les augmentations de volume, ni les contraintes induites lors des cycles de gel-dégel par les différents mécanismes (cf. § « Introduction » p. 13). La quantité élevée d'eau « rapidement » gelable, c'est-à-dire qui va se transformer en glace dès le début des phases de refroidissement des cycles, résulte du fait que :

- ces bétons ont un réseau de pores certes tortueux, mais de rayon moyen modéré (32 nm pour M50CV et 35 nm pour M30CV [19]), dû à une matrice initiale poreuse. L'essentiel du volume poreux correspond en effet à des pores de rayon compris entre 10 nm et 0,1 μm (distribution de tailles de pores monomodale, cf. fig. 18). Or, on sait qu'il existe une relation thermodynamique entre taille de pore et température de congélation [29], [30],
- ces matériaux sont probablement complètement saturés initialement après le préconditionnement (l'autodessiccation est négligeable).

La résistance mécanique insuffisante résulte quant à elle notamment de :

- la faible quantité de ciment, qui limite la quantité de C-S-H pseudomorphiques (en particulier internes, plus amorphes et donc plus résistants),
- la réaction tardive des cendres limitant la quantité de C-S-H formés à distance des grains à 28 jours, cf. § « Analyse et interprétation de l'influence des additions pouzzolaniques sur les propriétés de transport » p. 31.

Un autre facteur, au moins aussi important, à prendre en compte pour expliquer l'effet négatif des cendres volantes a trait aux hétérogénéités générées (notamment au voisinage de la surface exposée) par la présence d'une quantité importante de cendres. En effet, à l'âge de 28 jours, les cendres résiduelles sont encore très nombreuses. Elles créent alors des sites de faiblesse où vont préférentielle-

TABLEAU IX

Comparaison de la résistance aux cycles de gel-dégel sans sels (gel interne) et à l'écaillage des formules avec et sans additions pouzzolaniques

Béton	E/C	E/liant	R_{moy28} (MPa)	L_{barre} (μm)	Allongement relatif après 300 cycles $\Delta\ell/\ell$ ($\mu m/m$)	Rapport des carrés des fréquences de résonance après 300 cycles (f_1^2/f_0^2) $\times 100$ (-)	Masse cumulée d'écaillage après 56 cycles M (g.m ⁻²)
M25	0,84	0,84	24,5	491	>> 614 ^(*)	<< 85	1 542
M25CV	0,96	0,77	23,5	447	2 735,8	4,9	2 307
M25EA	0,70	0,70	26,8	138	167,5	99,1	675
M25CVEA	0,84	0,67	20,5	113	122	93,5	395
M50-1	0,48	0,39	49,5	755	140,8	94,6	535
M50CV	0,56	0,36	49,0	835	8 889,2 ^(*)	8,4 ^(*)	1 484
M50EA	0,39	0,48	55,5	158	- 150,8	98,8	95
M50CVEA	0,56	0,45	53,0	169	- 11,7	100,0	265
M75	0,32	0,32	75,0	560	30,8	100,0	682
M75FS	0,38	0,36	85,5	586	98,3	99,0	2 189
M75EA	0,27	0,27	68,5	140	- 48,3	100,0	646
M75FSEA	0,34	0,32	67,0	200	52,5	97,0	172

(*) : Au moins 1 éprouvette entièrement dégradée avant 300 cycles.

Cases grisées : formules avec agent entraîneur d'air.

Valeurs en gras : valeurs au-delà du seuil spécifié [71].

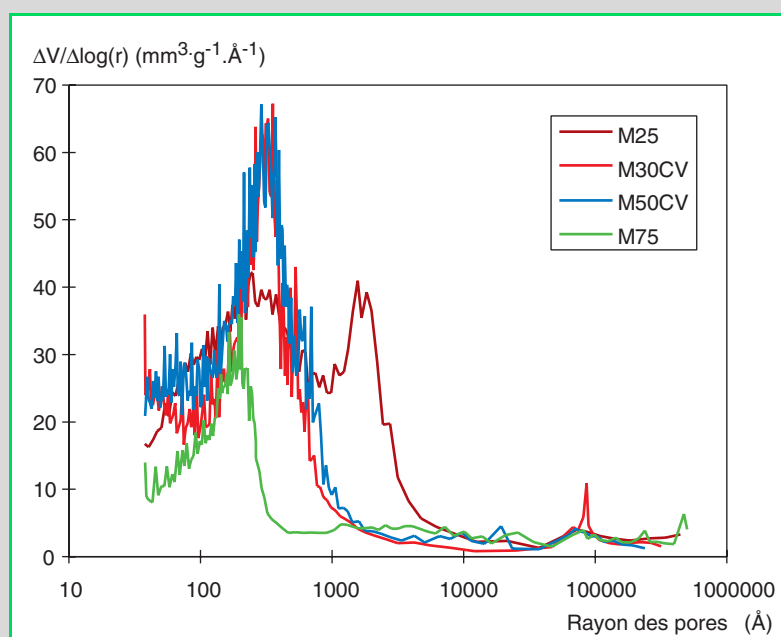


Fig. 18 - Distributions des volumes poreux des bétons M25, M75, M30CV et M75 obtenues par intrusion de mercure selon le mode opératoire décrit dans [19] et [23].

TABLEAU X

**Classement des 15 bétons sur la base de la résistance moyenne à la compression à 28 jours,
de l'allongement relatif et de la masse cumulée d'écaillage, et classement global
« gel avec sels - laboratoire »**

Classement « résistance mécanique »	Classement « allongement relatif après 300 cycles » ①	Classement « masse cumul. d'écaillage après 56 cycles » ②	Class. global ^(*) « gel avec sels - laboratoire »
M25CVEA	M25 15	M30CV 15	M30CV
M25CV	M50CV 14	M25CV 14	M25
M25	M30CV 13	M75FS 13	M25CV
M25EA	M25CV 12	M25 12	M50CV
M30CV	M100FS (1 et 2) 11	M50CV 11	M75FS
M50CVEA	M25EA 10	M75 10	M25EA
M50EA	M50 (1 et 2) 9	M25EA 9	M100FS (1 et 2) }
M50CV	M25CVEA 8	M100FS (1 et 2) 8	M50 (1 et 2) }
M50 (1 et 2)	M75FS 7	M75EA 7	M75 }
M75FSEA	M75FSEA 6	M50 (1 et 2) 6	M25CVEA
M75EA	M75 5	M25CVEA 5	M75EA }
M75	M120FS 4	M50CVEA 4	M75FSEA }
M75FS	M50CVEA 3	M75FSEA 3	M50CVEA
M100FS (1 et 2)	M75EA 2	M50EA 2	M120FS
M120FS	M50EA 1	M120FS 1	M50EA

(*) : Combine ① et ②, avec des poids équivalents.

Cases grisées : bétons à hautes performances.

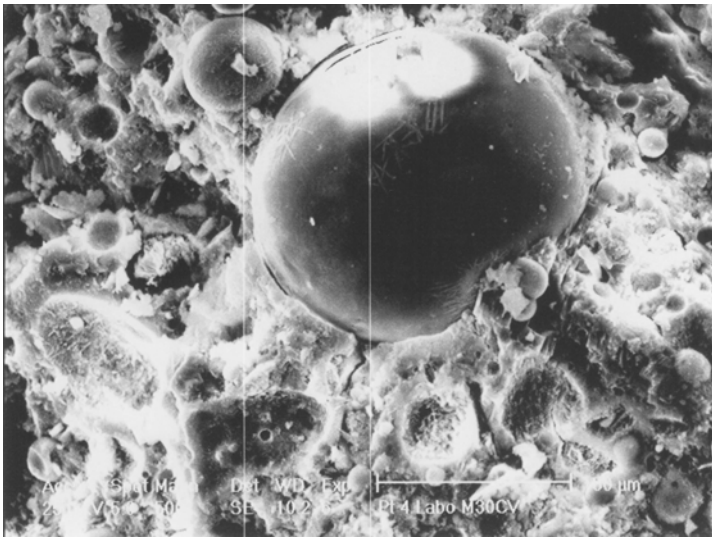
ment et plus facilement s'amorcer des fissures (cf. fig. 19, où la microfissuration résulte du séchage et non du gel). De même, elles constituent des sites de nucléation préférentiels qui facilitent la germination des cristaux de glace. Ces hétérogénéités, créées ici par les cendres, peuvent de façon identique être générées par toute autre addition minérale, réactive ou inerte. Cela explique, au moins en partie, l'effet négatif des additions minérales enregistré systématiquement sur les résultats d'essais de gel-dégel et d'écaillage. Cet effet a d'ailleurs été montré statistiquement dans le cas d'additions calcaires et siliceuses [31].

Il est possible également que le faible coefficient de diffusion des bétons avec cendres favorise les accumulations de sels (augmentation de la concentration ionique) et donc la sorption d'eau en zone superficielle, et que de même la (supposée) faible perméabilité à l'eau favorise les accumulations d'eau dans cette zone. Tout cela contribue à augmenter les dégradations et donc certainement à expliquer le plus mauvais comportement à l'écaillage du béton M30CV (notamment par rapport au M50CV, ce dernier ayant pourtant un L_{barre} plus élevé et un plus mauvais comportement aux cycles de gel-dégel sans sels). De façon générale, les autres propriétés des bétons M30CV et M50CV sont très semblables (voir également [19]) comme le laisse prévoir la similitude de leur distribution de tailles de pores (cf. fig. 18).

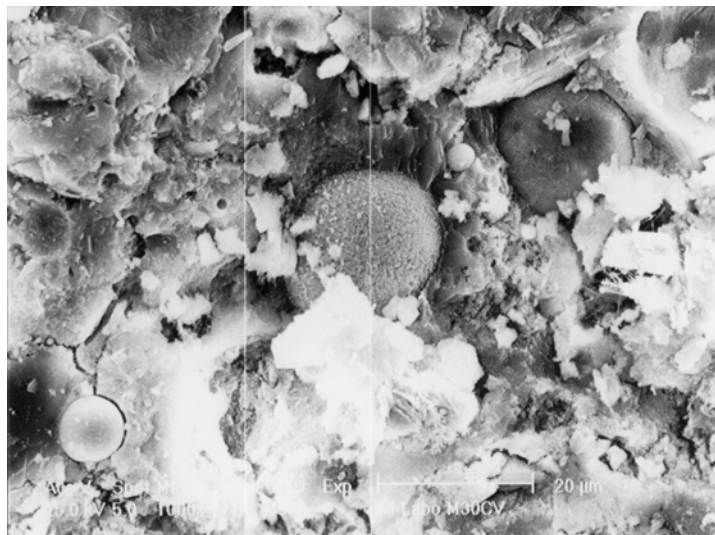
Influence des fumées de silice en l'absence d'entraîneur d'air (quand $E/C \geq 0,32$)

Lorsque l'on compare des formules de BHP (des gammes B60-B80) sans air entraîné, avec et sans FS, on constate que la résistance aux cycles de gel-dégel (notamment en présence de sels) chute de façon notable en présence de fumées de silice, pour un même niveau de résistance, voire pour une résistance supérieure. C'est le cas pour les bétons M75 et M75FS étudiés ici (cf. tableau IX). Le plus

Fig. 19 - Images, obtenues au MEB par électrons secondaires sur fractures de béton M30CV, illustrant l'amorce de microfissures au niveau des particules de cendres volantes résiduelles. Les microfissures sont générées ici par le séchage sous vide préalable à l'observation au microscope des échantillons.



a) Grossissement (500 x).



b) Grossissement (1000 x).

mauvais comportement des BHP avec FS par rapport à des bétons de même gamme sans FS, lorsque $E/C \geq 0,32$, est illustré par les résultats de masse cumulée d'écaillage présentés sur la figure 20, où les bétons M75 et M75FS sont comparés à d'autres BHP des gammes B60 à B80, préparés avec des constituants différents (*cf.* tableau VIII) [44]. Le même type de résultat a été rapporté dans la littérature dans le cas de fortes teneurs en fumées de silice [42].

De même qu'avec les cendres volantes, mais à un degré moindre vu les quantités concernées, ce comportement s'explique tout d'abord par le fait que les particules de fumées de silice qui n'ont pas encore réagi constituent des sites de nucléation qui facilitent la formation des cristaux de glace. De plus, l'hétérogénéité du matériau augmente avec la teneur en fumées de silice quand $E/C \geq 0,32$ (formation d'agglomérats de fumées de silice dus à la difficulté de dispersion des FS, par exemple, [22]).

Influence des additions pouzzolaniques en présence d'entraîneur d'air

L'influence négative des cendres a été mise en évidence par différents auteurs même en présence d'air entraîné, lorsque la quantité incorporée était importante (voir par exemple [27], [41] ou [28]).

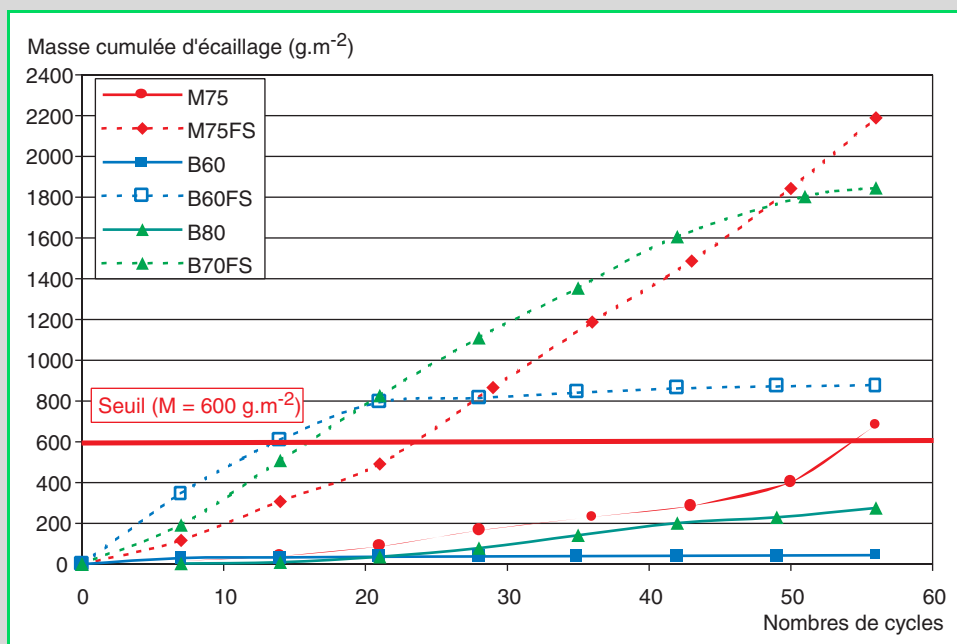


Fig. 20 - Masse cumulée d'écaillage de BHP (du type B60 ou B80) sans agent entraîneur d'air, avec et sans fumées de silice, en fonction du nombre de cycles de l'essai selon la norme XP P 18-420.

Cette influence négative est maintenant largement admise et a eu pour conséquence, en cas de gel sévère avec sels, de préconiser une teneur limitée à 30 %, pour ce dernier auteur, voire de proscrire l'utilisation de ces additions [71]. Dans le cadre de la présente étude, aucune formule contenant à la fois un agent entraîneur d'air et une forte teneur en cendres volantes n'a été testée.

Par contre, pour des teneurs modérées (environ 25% par rapport à la masse de ciment) et en présence d'air entraîné (avec $L_{\text{barre}} \leq 200 \mu\text{m}$), les additions pouzzolaniques peuvent devenir bénéfiques vis-à-vis de la résistance aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels. On constate en effet une amélioration du comportement en termes d'allongement relatif et de masse d'écaillage pour le béton M25CVEA (par rapport au M25EA), et uniquement en termes de masse cumulée d'écaillage pour le béton M75FSEA. Les allongements relatifs et les masses cumulées d'écaillage révèlent par contre un meilleur comportement du béton M50EA par rapport au M50CVEA, mais les deux bétons sont toutefois résistants aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels.

Analyse et interprétation du comportement au gel des BHP (en présence ou non de sels)

Le très bon comportement des bétons à (très) hautes performances tels que M120FS ou BH peut tout d'abord s'expliquer par leur très faible teneur en eau gelable. Ces matériaux ont en effet un volume poreux très réduit dans le domaine des capillaires, un réseau de pores très fin [15], [19] et ils sont initialement insaturés à cœur. Ce dernier point résulte non seulement de l'autodessiccation (cf. § « Résistance à l'écaillage et aux cycles de gel-dégel en présence de sels » p. 37), mais également du fait qu'il est très difficile de saturer des éprouvettes de ces bétons après une phase de séchage telle que celle appliquée lors du préconditionnement relatif à l'essai normalisé d'écaillage (cf. § « Préparation et préconditionnement des éprouvettes » p. 23). La compacité du matériau et la faible perméabilité à l'eau résultante limitent en effet la pénétration d'eau externe à une couche très superficielle.

De plus, dans cette gamme de bétons, la présence de fumées de silice n'est plus préjudiciable vis-à-vis de la résistance aux cycles de gel-dégel. En effet, quand E/C devient très faible, les hétérogénéités locales deviennent négligeables devant la compacité et l'homogénéité globale de la matrice [15], [19].

Un comportement variable a été enregistré dans le cadre de cette étude sur le béton M100FS (E/C = 0,33 ; E/liant = 0,30) : « non » résistance aux cycles de gel-dégel sans sels et résistance à l'écaillage fonction de la fabrication. Ce caractère aléatoire ou variable a souvent été constaté sur les résultats

d'essais d'écaillage réalisés sur des BHP, et a déjà été rapporté dans la littérature (cf., par exemple, [40], [41], [73]). Le comportement du béton M100FS en présence de sels est illustré sur la figure 21, où est reportée la masse cumulée d'écaillage (médiane) en fonction du nombre de cycles de l'essai normalisé pour les deux fabrications testées. Les deux courbes ont une allure analogue, mais la fabrication 1 montre des dégradations plus importantes dès le démarrage de l'essai, illustrant le fait que cet essai est très sensible aux hétérogénéités (de surface) du matériau. Le seuil de 600 g.m^{-2} (cf. tableau II, [71]) est nettement dépassé avant 56 cycles pour la fabrication 1, alors qu'une valeur de masse cumulée d'écaillage beaucoup plus faible est enregistrée à l'issue de l'essai pour la fabrication 2 (cf. tableau VIII). La fabrication 2 est donc considérée comme résistante au sens des recommandations. Toutefois, une poursuite des fortes dégradations est à prévoir après l'échéance de 56 cycles.

Les trois facteurs suivants concourent probablement au comportement variable du M100FS :

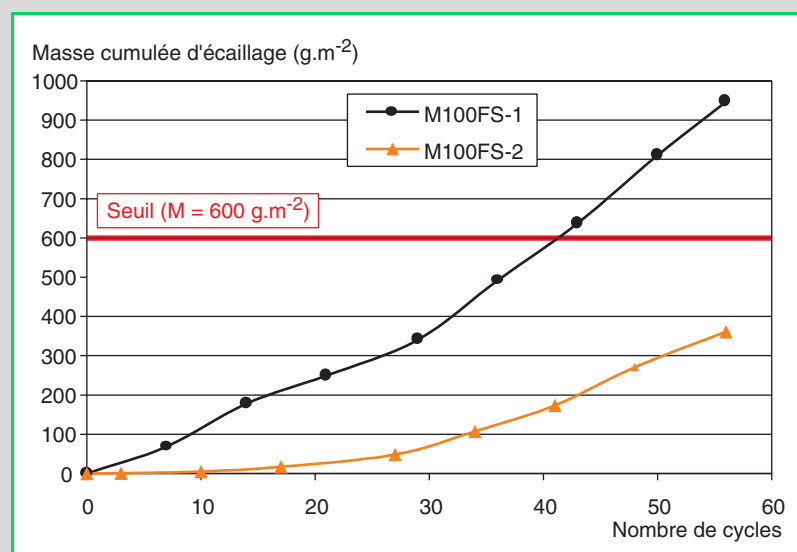
- la formule se situe à la limite de rapport E/C (ou E/liant) précédemment évoquée (et donc au seuil de teneur en eau gelable critique),
- la présence de FS accroît la dispersion des résultats (cf. § « Essai d'écaillage : cinétiques de dégradation des bétons » p. 37) et le risque de dégradation lorsque $E/C \geq 0,32$ (cf. § « Influence des fumées de silice en l'absence d'entraîneur d'air (quand $E/C \geq 0,32$), » p. 45),
- la quantité (faible) et la répartition des vides de grandes dimensions (bulles, microbulles, microfissuration) peut fortement varier d'une éprouvette à l'autre.

En outre, le plus mauvais comportement au gel sans sels observé ici par rapport à l'écaillage peut être attribué au plus fort taux de saturation au démarrage de l'essai de gel-dégel sans sels, comparativement aux conditions de l'essai d'écaillage (cf. § « Préparation et préconditionnement des éprouvettes » p. 22 et « Préparation et préconditionnement des éprouvettes » p. 23), rappelant le caractère fondamental de l'influence du taux de saturation sur le comportement au gel [54], [53].

La différence de comportement lors des essais de gel-dégel (sans sels) entre les bétons M100FS et M120FS peut donc s'expliquer par la teneur en eau gelable inférieure du béton M120FS (ces données figurent dans la référence [73]), associée à la présence d'une microfissuration assimilable à un « microbullage » [19] dans le M120FS, alors que le M100FS en est quasiment exempt. Ce microbullage peut en effet faciliter les mouvements d'eau et permettre une expansion liée à la formation de cristaux de glace.

Outre l'influence des fumées de silice précédemment explicitée (cf. § « Influence des fumées de silice en l'absence d'entraîneur d'air (quand $E/C \geq 0,32$) » p. 45), les nombreuses hétérogénéités constatées sur la série des M75 peuvent avoir contribué au mauvais comportement enregistré sur les bétons M75 et M75FS.

Fig. 21 - Masse cumulée d'écaillage de deux fabrications de béton M100FS, en fonction du nombre de cycles de l'essai selon la norme XP P 18-420.



Synthèse : classement des bétons et évaluation de leur durabilité potentielle

Les 15 bétons étudiés peuvent être classés en fonction de leurs différentes propriétés de durabilité. Un premier classement peut être établi sur la base des propriétés influençant directement la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et un second peut être établi sur la base des résultats des essais de gel-dégel (sans sels) et d'écaillage.

Durabilité potentielle vis-à-vis de la corrosion des armatures

Le classement des 15 bétons étudiés, établi sur la base de la résistance moyenne à la compression, de la porosité accessible à l'eau [19], de la perméabilité apparente aux gaz (à $s = 0$ ou à $s = 6\%$), du coefficient de diffusion apparent des chlorures et du coefficient d'absorption capillaire (à 24 heures), évalués à 28 jours sur éprouvettes conservées en laboratoire, est donné dans le tableau VII. En accord avec ce qui a été dit précédemment dans cet article, on remarque effectivement que les classements en fonction de la perméabilité aux gaz, du coefficient de diffusion et du coefficient d'absorption capillaire sont différents. En effet, par exemple, la présence d'air entraîne est un facteur prépondérant pour la perméabilité, alors que pour le coefficient de diffusion, c'est l'influence des additions pouzzolaniques qui est prédominante. Outre la résistance mécanique, les 6 BHP ne sont en tête du classement que pour la porosité et le coefficient d'absorption capillaire.

Un classement global « corrosion-laboratoire n° 1 », combinaison avec poids équivalent des classements obtenus sur la base des *indicateurs de durabilité* [2] porosité, perméabilité aux gaz à $s = 0$ et coefficient de diffusion, est proposé pour comparer la durabilité potentielle des 15 bétons vis-à-vis de la corrosion des armatures de structures qui seraient fabriquées avec ces matériaux (*cf.* tableau VII). Un classement global « corrosion-laboratoire n° 2 », combinaison avec poids équivalent des classements obtenus sur la base de la perméabilité aux gaz à $s = 0$, du coefficient de diffusion et du coefficient d'absorption capillaire, est également proposé. On constate que ce dernier classement est peu différent de celui obtenu sur la base des indicateurs de durabilité. On vérifie donc ainsi que le coefficient d'absorption capillaire et la porosité accessible à l'eau sont des propriétés globales qui fournissent le même type d'information vis-à-vis de la qualité du matériau. Il apparaît donc redondant d'intégrer ces deux paramètres dans la quantification ou la prédiction de la durabilité. Par contre, le coefficient d'absorption capillaire peut, par exemple, être utilisé à la place de l'indicateur porosité.

Durabilité potentielle vis-à-vis du gel

Le classement des 15 bétons étudiés, établi sur la base de la résistance moyenne à la compression à 28 jours, de l'allongement relatif après 300 cycles de gel-dégel (sans sels) et de la masse cumulée d'écaillage après 56 cycles de gel-dégel (avec sels), évalués sur éprouvettes conservées en laboratoire, est donné dans le tableau X. Ce tableau illustre notamment que les classements fondés sur l'allongement relatif et la masse cumulée d'écaillage sont différents, mais que les bétons avec cendres volantes sont particulièrement mal classés dans les deux cas.

Un classement global « gel avec sels – laboratoire », combinaison avec poids équivalent des classements obtenus sur la base de l'allongement relatif mesuré après 300 cycles et de la masse cumulée d'écaillage mesurée après 56 cycles est proposé pour comparer la durabilité potentielle des 15 bétons vis-à-vis des cycles de gel-dégel en présence de sels, pour des structures qui seraient fabriquées avec ces matériaux (*cf.* tableau X).

Synthèse

Les tableaux VII et X montrent que les classements « corrosion-laboratoire » et « gel avec sels – laboratoire » sont différents. Le lecteur pourra se reporter à la référence [20] pour une illustration graphique de la comparaison entre les classements fondés sur le coefficient de diffusion des chlorures et la masse cumulée d'écaillage après 56 cycles de gel-dégel (avec sels).

Les tableaux VII et X montrent de plus que les classements « corrosion-laboratoire » et « gel avec sels – laboratoire » sont différents de celui fondé sur la résistance mécanique à la compression à

28 jours. Dans le cas du gel, les BHP ne sont pas en tête du classement. Dans le cas de la corrosion, les BHP sont en tête à une exception près. Il apparaît en outre que le béton le plus performant en toute circonstance est le béton à (très) hautes performances M120FS.

Diverses combinaisons de paramètres sont envisageables pour établir un classement représentatif, selon les processus et/ou les dégradations que l'on souhaite quantifier ou prédire. À titre d'exemple, un classement combinant le coefficient de diffusion apparent des chlorures et l'allongement relatif après 300 cycles de gel-dégel est présenté dans le tableau XI et est comparé à celui fondé sur la masse cumulée d'écaillage après 56 cycles de gel-dégel. Les deux classements sont très proches, à l'exception des bétons M30CV et M75FS (conformément à ce qui a été indiqué aux § « Influence des cendres volantes en l'absence d'entraîneur d'air » p. 43 et « Influence des fumées de silice en l'absence d'entraîneur d'air (quand $E/C \geq 0,32$) » p. 45) et du M50. Donc, dans bon nombre de cas, un matériau ayant un bon comportement lors de l'essai de gel-dégel et ayant un faible coefficient de diffusion apparent des chlorures va présenter une bonne tenue lors de l'essai d'écaillage.

Dans le cas des structures exposées à la fois à la pénétration des chlorures, aux cycles de gel-dégel, etc., il est important de signaler que les dégradations résultantes (relativement à la corrosion des armatures, aux gonflements et à la fissuration dus au gel et à l'écaillage des surfaces) sont amplifiées, par rapport à une situation où chaque processus agirait indépendamment, du fait de couplages et d'effets induits. Citons par exemple l'accroissement du risque de corrosion du fait de l'augmentation de la porosité capillaire [50] et de la création de microfissures lorsque le nombre de cycles de gel-dégel augmente et que le matériau se dégrade. De plus, même si le matériau ne se dégrade pas au cours des cycles et ne subit donc aucune modification de la microstructure, des processus tels que celui de diffusion/interaction des chlorures, par exemple, varient avec la température [60].

TABLEAU XI

Comparaison du classement combiné « $D_{ns(mig)}$ + allongement relatif après 300 cycles » avec le classement « masse cumulée d'écaillage après 56 cycles » pour les 15 bétons

Classement « $D_{ns(mig)}$ + allongement relatif après 300 cycles* »	Classement « masse cumulée d'écaillage après 56 cycles »
M25	M30CV
M25CV } M25EA }	M25CV
	M75FS
M50 } M50CV }	M25
	M50CV
M25CVEA	M75
M30CV	M25EA
M75	M100FS (1 et 2)
M100FS	M75EA
M75FS	M50 (1 et 2)
M50EA } M75EA }	M25CVEA
	M50CVEA
M75FSEA	M75FSEA
M50CVEA	M50EA
M120FS	M120FS

(*) : Avec des poids équivalents.

Cases grisées : bétons à hautes performances.

Enfin, pour ce qui concerne l'influence des paramètres de formulation sur la durabilité, le tableau XII propose une synthèse qualitative des effets de l'incorporation d'agent entraîneur d'air et d'additions pouzzolaniques.

TABLEAU XII
Synthèse qualitative des effets de l'incorporation d'agent entraîneur d'air
ou d'additions minérales pouzzolaniques

Paramètre	Effets physico-chimiques et microstructuraux	Effets sur les propriétés de durabilité	Conséquences sur le comportement du matériau
Agent entraîneur d'air	<ul style="list-style-type: none"> • Création d'un système de bulles d'air • Augmentation de la connectivité de l'ensemble du réseau des vides des BO de bonne qualité et des BHP • Meilleur arrangement des grains des mélanges « bas de gamme » • Amélioration de la stabilité à l'état frais des bétons « bas de gamme » 	<ul style="list-style-type: none"> • Augmentation de la perméabilité au gaz, en particulier pour les BO de bonne qualité et les BHP • Pas d'influence systématique sur le coefficient de diffusion des chlorures 	<p>→ Amélioration de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures pour les bétons « bas de gamme »</p> <p>→ Effet très bénéfique sur le comportement au gel sans sels (gel interne) pour tous les bétons</p> <p>→ Efficacité moins systématique en présence de sels (écaillage)</p>
Cendres volantes (en forte quantité : ≈ 40-50 %)	<ul style="list-style-type: none"> • Effet filler modéré • Formation de C-S-H denses • Augmentation importante de la tortuosité du réseau poreux • Nombreuses hétérogénéités locales dues aux cendres résiduelles • Augmentation des interactions ioniques 	<ul style="list-style-type: none"> • Diminution de la perméabilité au gaz • Diminution du coefficient de diffusion des chlorures • Diminution du coefficient d'absorption capillaire 	<p>→ Effet très négatif sur le comportement au gel (avec ou sans sels), même éventuellement en présence d'agent entraîneur d'air</p> <p>→ Effet bénéfique pour la protection des armatures, vis-à-vis de la corrosion induite par les chlorures</p>
Cendres volantes (en faible quantité : ≈ 25 %)	<ul style="list-style-type: none"> • Effet filler modéré • Formation de C-S-H denses • Augmentation de la tortuosité du réseau poreux • Hétérogénéités locales dues aux cendres résiduelles • Augmentation des interactions ioniques 	<ul style="list-style-type: none"> • Pas de diminution systématique de la perméabilité au gaz (notamment si E/C augmente) • Diminution du coefficient de diffusion des chlorures • Diminution du coefficient d'absorption capillaire 	<p>→ Effet très négatif sur le comportement au gel (avec ou sans sels), en l'absence d'entraîneur d'air</p> <p>→ Effet bénéfique pour la protection des armatures, vis-à-vis de la corrosion induite par les chlorures</p>
Fumées de silice (≈ 6-12 %)	<ul style="list-style-type: none"> • Effet filler important • Formation de C-S-H denses • Quelques hétérogénéités locales dues aux FS résiduelles 	<ul style="list-style-type: none"> • Pas de diminution systématique de la perméabilité au gaz (notamment si E/C augmente) • Diminution du coefficient de diffusion des chlorures • Diminution du coefficient d'absorption capillaire 	<p>→ <u>si $E/C \geq 0,32$</u> : effet négatif sur le comportement au gel en l'absence d'entraîneur d'air et, notamment en présence de sels</p> <p>→ <u>si $E/C < 0,32$</u> (sans AEA) : amélioration très importante de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et des cycles de gel-dégel en présence ou non de sels</p>

Conclusions et perspectives

Conclusions

Cet article a mis en évidence que selon la propriété de durabilité considérée, l'effet de l'incorporation d'agent entraîneur d'air, de cendres volantes,..., n'était pas le même et pouvait éventuellement être inversé. La perméabilité aux gaz, le coefficient de diffusion apparent des chlorures et le coefficient d'absorption capillaire, par exemple, quantifient en effet des processus différents. L'incorporation de cendres volantes génère un béton de perméabilité aux gaz, de coefficient de diffusion et de coefficient d'absorption capillaire réduits, et donc de meilleure durabilité vis-à-vis des processus délétères liés à la pénétration d'agents agressifs externes dans le béton, sous réserve naturellement qu'une cure suffisante soit appliquée. Ces bétons montrent par contre un très mauvais comportement au gel en l'absence d'air entraîné. Le cas le plus symptomatique est celui du béton M30CV. Ce béton se révèle très efficace pour limiter les transferts gazeux ou ioniques (et est de ce fait classé 4^e sur 15 dans les deux classements « corrosion-laboratoire »), mais a également, pour la même raison, une très faible résistance aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels (classé dernier dans le classement « gel avec sels – laboratoire »). Il apparaît donc très important, lors de l'évaluation de la durabilité potentielle d'un béton ou de la qualification d'une formule pour un ouvrage donné, de sélectionner les indicateurs de durabilité pertinents vis-à-vis des processus et des dégradations envisageables et de l'environnement considéré, parmi le panel de paramètres à disposition [2].

Les résultats ont montré en outre la complémentarité des indicateurs *perméabilité aux gaz* et *coefficient de diffusion des chlorures* pour évaluer la durabilité potentielle des bétons vis-à-vis de la corrosion des armatures.

Les résultats expérimentaux confirment la meilleure aptitude des bétons à hautes performances sans AEA, en particulier ceux contenant des fumées de silice et de résistance moyenne à la compression à 28 jours supérieure à 80 MPa, à limiter les transferts gazeux ou ioniques au sein du matériau, comparativement aux bétons ordinaires. Ces données indiquent donc que l'on peut s'attendre en particulier à un meilleur comportement des BHP en vue d'assurer la durabilité des ouvrages vis-à-vis de la corrosion des armatures. Cela sera naturellement à vérifier par le suivi (d'éléments) de structures en béton armé *in situ*, en évaluant notamment l'état de corrosion des aciers.

En ce qui concerne les dégradations liées au gel, pour les bétons avec air entraîné, une valeur de facteur d'espacement des bulles d'air conforme aux spécifications reste un bon indicateur de la tenue au gel sans sels. Pour les environnements avec sels, ce critère semble moins pertinent ou en tout cas insuffisant. Ainsi, les bétons M25EA et M75EA dépassent (de justesse) le seuil de masse cumulée d'écaillage, malgré un facteur d'espacement tout à fait conforme. À l'inverse, le béton M75FSEA a un écaillage tout à fait acceptable malgré un facteur d'espacement très limite (*cf.* fig. 14). D'autre part, dans les environnements avec ou sans sels, certains bétons sans agent entraîneur d'air sont susceptibles de faire preuve d'une bonne résistance (*cf.* fig. 10 et 14, zone ② du graphique), mais l'on ne dispose pas dans ce cas d'indicateur ou de critère permettant de le prévoir.

Une solution possible vis-à-vis de la résistance des BHP aux cycles de gel-dégel (sans sels) consiste à adapter les spécifications sur le facteur d'espacement (Aïtcin préconise $L_{\text{barre}} < 400 \mu\text{m}$ [9]). En présence de sels, pour les formules de BHP sans AEA et avec $E/C \geq 0,32$ (ou $E/\text{liant} > 0,30$), dans la mesure où la teneur en eau gelable peut varier fortement d'une formule à l'autre, en particulier dans la zone proche de la surface exposée aux sels et concernée par l'écaillage, les résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de cette étude, de même que la littérature [9], montrent qu'il est difficile de prévoir de façon générale le comportement à l'écaillage de ces matériaux. Face à cette incertitude, un traitement au cas par cas, sur la base d'un essai de performance, peut permettre d'éviter une incorporation systématique d'air entraîné ou au moins de limiter la teneur en air. On retiendra, quoi qu'il en soit, que dans le domaine des B60-B80, l'incorporation de fumées de silice semble accroître les risques de dégradation. Le recours à des bétons à (très) hautes performances avec $E/C < 0,32$ [71] paraît constituer une solution pertinente pour assurer la durabilité aux cycles de gel-dégel sans et avec sels, tout en évitant un ajout d'entraîneur d'air.

Par ailleurs, bien que ce paramètre n'ait pas été étudié ici, il ne faut pas oublier que les granulats jouent un rôle important dans le comportement au gel. De ce fait, des formules voisines, mais incorporant des granulats de nature différente, par exemple, sont susceptibles de se comporter différemment. Le ciment, les adjuvants (superplastifiants),..., influencent également les résultats.

Les travaux présentés ont mis en évidence que le béton le plus performant, dans la série des 15 bétons étudiés, était pour tous les essais pratiqués le béton à hautes performances M120FS. Ce béton entre en fait dans la gamme des bétons à très hautes performances ($100 < f_{c28} \leq 150$ MPa et $0,20 \leq E/C < 0,32$) et présente donc des propriétés particulières (ordres de grandeur différents par rapport à ceux des B60 ou des B80) qui lui confèrent des performances accrues dans tous les domaines. On peut ainsi recourir sans risque à ce type de matériaux dans les environnements agressifs, y compris dans ceux où les B60 voire les B80 pouvaient présenter des faiblesses (par exemple, pour assurer un bon comportement au gel en présence de sels sans qu'il soit nécessaire de respecter les spécifications sur le facteur d'espacement des bulles d'air).

Suggestions pour les travaux futurs relatifs au comportement au gel

Sélection d'indicateurs de durabilité spécifiques au gel

Il demeure nécessaire de définir des indicateurs de durabilité spécifiques au gel, ainsi que des critères (fondés sur ces indicateurs), à considérer dans les cas autres que :

- les bétons avec AEA en environnement sans sels où le facteur d'espacement est pertinent et suffisant,
- les BTHP ($E/C < 0,32$) qui résistent « intrinsèquement » aux cycles de gel-dégel avec ou sans sels.

Ces critères éviteraient l'utilisation systématique d'agent entraîneur d'air. L'obtention d'un système de bulles d'air efficace est en effet toujours difficilement compatible avec de hautes résistances et peut se révéler préjudiciable pour certaines propriétés de durabilité, comme cet article l'a montré. Ces indicateurs pourraient être utilisés en complément, voire en remplacement, du L_{barre} , et permettraient également d'éviter la réalisation systématique d'essais de performance.

Tout d'abord, les résultats des essais de gel-dégel (avec ou sans sels) ont fait apparaître le rôle fondamental de la teneur en eau gelable de l'échantillon de matériau. Ce paramètre est fonction :

- du volume des vides,
- du rayon des pores,
- du taux de saturation.

Sa pertinence tient au fait qu'il intègre un certain nombre des paramètres liés au réseau des vides influençant le comportement au gel (pores + fissures + bulles), où s'effectuent les mouvements d'eau ainsi que la formation et la croissance des cristaux de glace. Ce paramètre pourrait donc éventuellement constituer un indicateur de durabilité spécifique au gel.

Toutefois, la teneur en eau gelable n'intègre pas la notion de connectivité. Il est donc nécessaire, pour prévoir le comportement au gel (avec ou sans sels), de quantifier en plus le degré de connectivité du réseau des vides (en particulier avec la surface). Cette caractérisation pourrait être effectuée à l'aide :

- de la perméabilité à l'eau liquide (ou éventuellement aux gaz),
ou
- du diamètre de pore critique, issu des mesures par intrusion de mercure. Il existe en effet des relations empiriques entre ce diamètre de pore critique et la perméabilité aux liquides (Katz-Thompson, [43]) ou la perméabilité aux gaz [52].

En outre, en plus de la résistance mécanique à la compression, qui est une caractéristique de base et qui sera donc systématiquement déterminée [2], la résistance mécanique à la traction peut s'avérer nécessaire (cf. § « Influence des cendres volantes en l'absence d'entraîneur d'air » p. 43).

Prise en compte des hétérogénéités

Vu l'importance des gradients de propriétés (ainsi que de l'état de surface, des hétérogénéités,...) dans le phénomène d'écaillage, mesurer les indicateurs de durabilité généraux ou spécifiques sur des éprouvettes identiques à celles utilisées pour l'essai d'écaillage (incluant donc la surface « coffrée ») serait sans doute plus pertinent afin de mettre en évidence des corrélations entre ces paramètres et la masse cumulée d'écaillage.

De plus, caractériser les propriétés de l'ensemble de l'échantillon de matériau (porosité globale ou dans une zone donnée, L_{barre} mesuré dans une section donnée,...) pour prévoir le comportement aux cycles de gel-dégel en présence de sels n'est sans doute pas suffisant. L'évolution des caractéristiques du réseau des pores et des bulles d'air en fonction de la profondeur (c'est-à-dire de la distance à la surface exposée) dans la zone superficielle réellement soumise aux cycles et à la pénétration des sels serait sans doute plus utile, notamment dans le cadre du développement et de la mise en œuvre de modèles prédictifs. Mais ces dernières données seront plus difficiles à déterminer systématiquement.

Évolution de l'essai d'écaillage (essai de performance) et de son traitement

Il ressort également de cette étude que le critère d'acceptation de la formule de béton, relatif à l'essai d'écaillage (essai de performance), ne devrait pas se limiter à la seule valeur de masse cumulée d'écaillage obtenue à l'issue des 56 cycles de l'essai normalisé, notamment dans le cas où la valeur obtenue est « limite ». La cinétique de dégradation du matériau fournie par exemple par la courbe de masse cumulée d'écaillage en fonction du nombre de cycles est plus riche d'informations et est sans doute plus révélatrice du comportement réel du matériau. Cette courbe montre en effet que l'on peut atteindre des valeurs à 56 cycles analogues avec des cinétiques complètement différentes. En outre, même dans le cas de formules considérées comme résistantes sur la base de la masse d'écaillage à 56 cycles, la pente de la courbe peut être élevée au voisinage de cette échéance, laissant présager que le seuil sera rapidement franchi après 56 cycles. Cela est particulièrement bien illustré dans cette étude par la courbe du M50-1 qui témoigne d'une cinétique de dégradation très rapide au moment où l'essai est arrêté (cf. fig. 15). L'analyse de la courbe de masse cumulée d'écaillage peut permettre d'aller plus loin dans la comparaison du comportement des matériaux. De plus, dans l'optique d'une démarche prédictive de la durabilité vis-à-vis du gel, la prise en compte de la cinétique de dégradation paraît beaucoup plus pertinente et même indispensable pour prévoir le comportement à moyen et long terme du matériau. Un critère d'acceptation simple pourrait alors être défini en considérant par exemple la pente à l'origine et celle à l'échéance des 56 cycles, voire même à une échéance plus courte. Ce dernier point permettrait éventuellement de raccourcir l'essai. Dans l'éventualité où un modèle prédictif serait disponible, il pourrait même être envisagé d'y intégrer l'ensemble de la courbe.

Il est important de rappeler que le processus de préconditionnement relatif à l'essai d'écaillage génère un état de saturation très différent au démarrage de l'essai, suivant le matériau considéré. Or, cet état va grandement influencer le moment d'apparition des dégradations. De ce fait, le résultat de l'essai est directement conditionné par cet état de saturation. Modifier le mode opératoire afin d'assurer la saturation complète et homogène des éprouvettes (y compris des BHP) serait envisageable. Cela permettrait de comparer les matériaux à taux de saturation identique. Cette démarche serait plus satisfaisante du point de vue scientifique, mais pourrait néanmoins apparaître plus éloignée des conditions réelles et donc plus critiquable aux yeux du praticien.

Prochaine étape

Il reste à vérifier que les classements « laboratoire » des formules de béton (cf. § « Synthèse : classement des bétons et évaluation de leur durabilité potentielle » p. 49) sont représentatifs du classement obtenu à partir du suivi à moyen et long terme de structures en béton armé se trouvant en environnement naturel, ou bien à moduler ces classements suivant les conditions environnementales.

Dans le cadre d'une approche performantielle, cette étape permettra de valider la pertinence des *indicateurs de durabilité* porosité, perméabilité aux gaz (ou aux liquides) et coefficient de diffusion, issus d'essais réalisés sur éprouvettes conservées en laboratoire, selon des procédures telles que celles mises en œuvre dans cette étude [2]. Cette étape permettra également de valider la pertinence du test d'écaillage en temps qu'essai de performance [71] et d'ajuster le choix d'indicateurs de durabilité spécifiques au gel. En outre, cette démarche sera indispensable pour fixer des seuils d'acceptabilité pour les indicateurs de durabilité sélectionnés (en fonction notamment du type d'environnement) à prescrire en vue d'assurer la durabilité des structures en béton armé vis-à-vis du gel ou de la corrosion des armatures [2]. Les indicateurs de durabilité sélectionnés pourront servir de données d'entrée pour les modèles physiques ou empiriques de carbonatation ou de pénétration des chlorures (existants ou à développer), en vue de prédire la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures

[2]. La validation de ces modèles en conditions réelles pourra s'effectuer, notamment, grâce au suivi des corps d'épreuve en béton armé disposés sur différents sites de vieillissement [18].

En ce qui concerne les mesures non destructives, une première comparaison des résultats présentés dans cet article avec les valeurs de « perméabilité » de surface mesurées *in situ* par la sonde BT CRIS après un an d'exposition sur le site de Melun, est présentée dans la référence [20] et illustre une très bonne cohérence. Des éléments complémentaires sur ces aspects seront présentés dans le(s) prochain(s) article(s) de la série intitulée « *Vieillessement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI^e siècle* », établi(s) à partir des données obtenues aux premières échéances de mesure sur les corps d'épreuve en béton armé répartis sur les sites naturels de vieillissement de Melun, de La Rochelle, de Maurienne et du Québec. L'article suivant présentera notamment une comparaison des résultats expérimentaux obtenus en laboratoire et sur sites, relativement à la résistance à la compression, à la carbonatation et à la pénétration des chlorures, ainsi qu'un suivi de l'écaillage *in situ* sur le site de Maurienne.

Remerciements. Les auteurs remercient l'IREX pour avoir contribué au financement de cette étude dans le cadre du Projet National BHP 2000.
Les auteurs remercient également G. Orcel (LRPC de Lyon) pour la réalisation des essais et des mesures relatifs à la résistance au gel, ainsi que J. Gawsewitch (LCPC – Paris) pour les investigations microstructurales.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] ABBAS A., CARCASSES M., OLLIVIER J.P., Gas permeability of concrete in relation to its degree of saturation, *Materials and Structures*, vol. 32, **1999**, pp. 3-8.
- [2] BAROGHEL-BOUNY V. et al., *Conception des bétons pour une durée de vie donnée des ouvrages – Maîtrise de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures et de l'alcali-réaction – État de l'art et guide pour l'élaboration d'une démarche performantielle sur la base d'indicateurs de durabilité*, Documents scientifiques et techniques de l'Association Française de Génie Civil, AFGC, à paraître.
- [3] Norme P 18-414 – *Essais des bétons – Essais non destructifs – Mesure de la fréquence de résonance fondamentale*, AFNOR, septembre **1993**.
- [4] Norme P 18-424 – *Bétons – Essai de gel sur béton durci. Gel dans l'eau – Dégel dans l'eau*, AFNOR, octobre **1994**.
- [5] Norme P 18-425 – *Bétons – Essai de gel sur béton durci. Gel dans l'air – Dégel dans l'eau*, AFNOR, octobre **1994**.
- [6] Norme XP P 18-420 – *Essai d'écaillage des surfaces de béton durci exposées au gel en présence d'une solution saline*, AFNOR, juin **1995**.
- [7] Norme NF EN 206-1 – *Concrete – Part 1: Specification, performance, production and conformity*, AFNOR, janvier **2000**.
- [8] Méthodes recommandées pour la mesure des grandeurs associées à la durabilité, *Compte-rendu des Journées Techniques AFPC-AFREM « Durabilité des Bétons »*, 11-12 décembre 1997, Toulouse, France, (LMDC, Toulouse, **1998**).
- [9] AITCIN P.C., PIGEON M., PLEAU R., GAGNE R., Freezing and thawing durability of high performance concrete, in *Proceedings of International Symposium on High-Performance and Reactive Powder Concretes SHERBROOKE' 98*, August 16-20, 1998, Sherbrooke (Québec), Canada, (Ed. by P.C. Aïtcin & Y. Delagrave, **1998**), vol. 4, pp. 383-391.
- [10] ALEXANDER M.G., MACKECHNIE J.R., Prediction of long-term chloride ingress from marine exposure trials, in « *Materials science of concrete: transport in cement-based materials* », Special volume (Ed. by R.D. Hooton, M.D.A. Thomas, J. Marchand & J.J. Beaudoin, American Ceramic Society, Series Editor J.P. Skalny, **2001**), pp. 281-291.
- [11] ALONSO C., ANDRADE C., CASTELLOTE M., CASTRO, P., Chloride threshold values to depassivate reinforcing bars embedded in a standardized OPC mortar, *Cement and Concrete Research*, vol. 30, **2000**, pp. 1047-1055.
- [12] AMIRI O., AÏT-MOKHTAR A., DUMARGUE P., TOUCHARD G., Electrochemical modelling of chloride migration in cement based materials. Part I: theoretical basis at microscopic scale, *Electrochemical Acta*, vol. 46, **2001**, pp. 1267-1275.

- [13] ANDRADE C., CASTELLOTE M., ALONSO C., GONZÁLEZ C., Non-steady-state chloride diffusion coefficients obtained from migration and natural diffusion tests – Part I: Comparison between several methods of calculation, *Materials and Structures*, vol. 33, **225**, 2000, pp. 21-28.
- [14] ASTM C 457 – *Standard practice for microscopical determination of air-void content and parameters of the air-void system in hardened concrete*, November **1982**.
- [15] BAROGHEL-BOUNY V., *Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, Analyse, Interprétations*, LCPC, Paris, **1994**, 468 pages.
- [16] BAROGHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T., RAHARINAIVO A., Étude expérimentale des effets couplés des transferts d'humidité et d'ions chlorures dans le béton jeune, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **206**, novembre-décembre **1996**, pp. 75-83.
- [17] BAROGHEL-BOUNY V., ROUGEAU P., CHAUSSADENT T., CROQUETTE G., Étude comparative de la durabilité des bétons B30 et B80 des Ouvrages Jumeaux de Bourges – Partie II : étude expérimentale de la pénétration des ions chlorures par différentes méthodes, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **217**, septembre-octobre **1998**, pp. 75-84.
- [18] BAROGHEL-BOUNY V., *Étude expérimentale sur sites de vieillissement – Programme de suivi des corps d'épreuve en béton armé – Résultats obtenus sur prélèvements aux premières échéances de mesure – Comparaison avec les résultats obtenus sur éprouvettes*, Projet national BHP 2000 – Thème 1 : Durabilité, Rapport LCPC, janvier **1999**, 47 pages.
- [19] BAROGHEL-BOUNY V., AMMOUCHE A., HORNAIN H., GAWSEWITCH J., Vieillissement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI^e siècle. II – Caractérisation microstructurale sur éprouvettes de bétons de résistance 25 à 120 MPa, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **228**, septembre-octobre **2000**, pp. 71-86.
- [20] BAROGHEL-BOUNY V., De LARRARD F., In place durability assessment for the next millenium – Long-term study, in *Proceedings of the 5th CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete*, June 4-9, 2000, Barcelona, Spain, SP-192 (Ed. by V.M. Malhotra, ACI, **2000**), vol. I, **SP 192-20**, pp. 319-338.
- [21] BAROGHEL-BOUNY V., VILLAIN G., ROUSSEL P., Détermination de la perméabilité aux gaz des bétons. Influence du préconditionnement et calcul de la perméabilité intrinsèque, in « *Transferts dans les bétons et durabilité des ouvrages. Évaluation expérimentale des paramètres déterminants* » (Ed. by V. Baroghel-Bouny, Collection Actes des Journées Scientifiques du LCPC, LCPC, **2001**), pp. 37-45.
- [22] BAROGHEL-BOUNY V., KHEIRBEK A., Effect of mix-parameters on autogenous deformations of cement pastes – Microstructural interpretations, *Concrete Science and Engineering*, vol. 3, **9**, March **2001**, pp. 23-38.
- [23] BAROGHEL-BOUNY V., CHAUSSADENT T., CROQUETTE G., DIVET L., GAWSEWITCH J., GODIN J., HENRY D., PLATRET G., VILLAIN G., *Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons – Méthodes de mesure et d'essais de laboratoire*, Techniques et Méthodes des LPC, Méthode **58**, LCPC, Paris, **2002**, 88 pages.
- [24] BAROGHEL-BOUNY V., BELIN P., CASTELLOTE M., RAFAÏ N., ROUGEAU P., YSSORCHE-CUBAYNES M.P., Which toolkit for durability evaluation as regards chloride ingress into concrete? Part I: Comparison between various methods for assessing the chloride diffusion coefficient of concrete in saturated conditions, in *Proceedings of the 3rd International RILEM Workshop « Testing and modelling chloride ingress into concrete »*, September 9-10, 2002, Madrid, Spain (Ed. by C. Andrade & J. Kropp, RILEM, Paris, **2002**).
- [25] BAROGHEL-BOUNY V., Which toolkit for durability evaluation as regards chloride ingress into concrete? Part II: Development of a performance approach based on durability indicators and monitoring parameters, in *Proceedings of the 3rd International RILEM Workshop « Testing and modelling chloride ingress into concrete »*, September 9-10, 2002, Madrid, Spain (Ed. by C. Andrade & J. Kropp, RILEM, Paris, **2002**).
- [26] BEJAOU S., *Étude de la formation de la glace au sein de la texture poreuse des matériaux à base de liant hydraulique*, Thèse de doctorat de l'INSA de Toulouse (Spécialité : Génie civil), septembre **2001**, 304 pages.
- [27] BILODEAU A., MALHOTRA V.M., Deicing salt scaling resistance of concrete incorporating supplementary cementing materials: CANMET Research, International Workshop on the resistance of concrete to scaling due to freezing in the presence of deicing salts, Sainte Foy (Québec), Canada, August 30-31, **1993**, pp. 191-228.
- [28] BILODEAU A., MALHOTRA V.M., High-volume fly ash system: concrete solution for sustainable development, *ACI Materials Journal*, vol. 97, **1**, January-February **2000**.
- [29] BRUN M., LALLEMAND A., QUINSON J.F., EYRAUD C. *et al.*, Changement d'état liquide-solide dans les milieux poreux, Parties I, II et III, *J. Chim. Phys.*, 70, **6**, 1973, pp. 974-996.

- [30] BRUN M., LALLEMAND A., QUINSON J.F., EYRAUD C., A new method for the simultaneous determination of the size and the shape of pores: the thermoporometry, *Thermochimica Acta*, **21**, 1977, pp. 59-88.
- [31] CARE S., LINDER R., BAROGHEL-BOUNY V., De LARRARD F., CHARONNAT Y., *Effet des additions minérales sur les propriétés d'usage des bétons – Plan d'expérience et analyse statistique*, Études et Recherches des LPC, Série Ouvrages d'art, **OA 33**, LCPC, Paris, 2000, 109 pages.
- [32] CARLES-GIBERGUES A., PIGEON M., La durabilité des bétons en ambiance hivernale rigoureuse, in « *La durabilité des bétons* », Presses de l'ENPC, Paris, 1992, pp. 227-284.
- [33] CHATTERJI S., THAULOW N., Unambiguous demonstration of destructive crystal growth, *Cement and Concrete Research*, vol. 27, **6**, 1997, pp. 811-816.
- [34] CHAUSSADENT T., *État des lieux et réflexions sur la carbonatation du béton armé*, Études et Recherches des LPC, Série Ouvrages d'art, **OA 29**, LCPC, Paris, 1999, 80 pages.
- [35] COLLEPARDI M., Quick method to determine free and bound chlorides in concrete, in *Proceedings of the International RILEM Workshop « Chloride penetration into concrete »*, October 15-18, 1995, Saint-Rémy-lès-Chevreuse, France (Ed. by L.O. Nilsson & J.P. Ollivier, RILEM, Paris, 1997), pp. 10-16.
- [36] EVERETT D.H., The thermodynamics of frost damage to porous solids, *Transactions of the Faraday Society*, **57**, 1961, pp. 1541-1551.
- [37] FAGERLUND G., Determination of pore-size distribution by suction porosimetry, *Materials and Structures*, vol. 6, **33**, 1973, pp. 191-201.
- [38] FRANÇOIS R., FRANCY O., CARÉ S., BAROGHEL-BOUNY V., LOVERA P., RICHET C., Mesure du coefficient de diffusion des chlorures. Comparaison entre régime permanent et régime transitoire, in « *Transferts dans les bétons et durabilité* », numéro spécial de la *Revue Française de Génie Civil*, vol. 5, **2-3** (Ed. by V. Baroghel-Bouny, Hermès Science Publications, Paris, 2001), pp. 311-332.
- [39] FREDERIKSEN J.M., SORENSEN H.E., ANDERSEN A., KLINGHOFFER O., *The effect of the W/C ratio on chloride transport into concrete. Immersion, migration and resistivity tests*, HETEK Report n° 54, (Ed. by V. Frederiksen, Road Directorate, Denmark, 1997).
- [40] GAGNÉ R., PIGEON M., AITCIN P.C., Deicer salt scaling resistance of high strength concretes made with different cements, in *Proceedings of the 2nd CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete*, Montreal (Québec), Canada, August 1991, **SP 126-10** (Ed. by V.M. Malhotra, ACI, 1991), pp. 185-199.
- [41] GAGNÉ R., MARCHAND J., The deicing salt scaling resistance of high-performance concretes: an overview, *International Workshop on the resistance of concrete to scaling due to freezing in the presence of deicing salts*, Sainte Foy (Québec), Canada, August 30-31, 1993, pp. 21-48.
- [42] GALEOTA D., GIAMMATTEO M.M., MARINO R., VOLTA V., Freezing and thawing resistance of non air-entrained and air-entrained concretes containing a high percentage of condensed silica fume, in *Proceedings of the 2nd CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete*, Montreal (Québec), Canada, August 1991, **SP 126-13**, vol. I (Ed. by V.M. Malhotra, ACI, 1991), pp. 249-261.
- [43] GARBOCZI E.J., Permeability, diffusivity and microstructural parameters: a critical review, *Cement and concrete research*, vol. 20, **4**, 1990, pp. 591-601.
- [44] HENRY D., *Comportement du béton soumis au gel en présence de sels de déverglaçage*, Rapport LCPC, septembre 2001, 141 pages.
- [45] JACOBS F., Permeability to gas of partially saturated concrete, *Magazine of Concrete Research*, vol. 50, **2**, 1998, pp. 115-121.
- [46] KAKIZAKI M., EDAHIRO H., FUJII K., NAKASE H., Effects of mixture proportions on permeability and pore structure of high-fluidity concretes, in *Proceedings of the 5th CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete*, June 4-9, 2000, Barcelona, Spain, **SP-192**, vol. II (Ed. by V.M. Malhotra, ACI, 2000), pp. 755-772.
- [47] KAUFMANN J., *Experimental identification of damage mechanisms in cementitious porous materials on phase transition of pore solution under frost deicing salt attack*, Thèse de doctorat de l'EPFL, Rapport EMPA, décembre 2000, 187 pages.
- [48] KLINKENBERG L.J., The permeability of porous media to liquids and gases, in *Drilling and production practice*, *American Petroleum Institute*, New York, 1941, pp. 200-213.
- [49] KOLLEK J.J., The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method, a Recommendation, *Materials and Structures*, vol. 22, 1989, pp. 225-230.
- [50] KUKKO H., *Frost effects on the microstructure of high strength concrete, and methods for their analysis*, Ph.D., Helsinki University of Technology (Espoo, Finland, 1992), 181 pages.

- [51] De LARRARD F., BAROGHEL-BOUNY V., Vieillissement des bétons en milieu naturel : une expérimentation pour le XXI^e siècle. I – Généralités et caractéristiques mécaniques initiales des bétons, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **225**, mars-avril **2000**, pp. 51-65.
- [52] LI S., ROY D.M., Investigation of relations between porosity, pore structure, and Cl⁻ diffusion of fly ash and blended cement pastes, *Cement and Concrete Research*, vol. 16, **1986**, pp. 749-759.
- [53] LINDMARK S., *Mechanisms of salt frost scaling of Portland cement-bound materials: studies and hypothesis*, Ph. D. Thesis, Report TVBM 1017, Lund Institute of Technology, **1998**, 270 pages.
- [54] LITVAN G.G., Frost action in cement paste, *Materials and Structures*, vol. 6, **34**, **1973**, pp. 293-298.
- [55] XINYING LU, Application of the Nernst-Einstein equation to concrete, *Cement and Concrete Research*, vol. 27, **2**, **1997**, pp. 293-302.
- [56] MARCHAND J., PIGEON M., Résistance du béton à l'écaillage dû au gel en présence de sels fondants – Une revue des récents développements dans le domaine, in *Proceedings of the International RILEM Conference « Concrete: From material to structure »*, 11-12 September 1996, Arles, France (Ed. by J.P. Bournazel & Y. Malier, RILEM, Paris, **1998**), pp. 207-238.
- [57] MASSAT M., *Caractérisation de la microfissuration, de la perméabilité et de la diffusion d'un béton : application au stockage des déchets radioactifs*, Thèse de doctorat de l'INSA de Toulouse, **1991**, 148 pages.
- [58] MEZIANI H., SKOCZYLAS N., An experimental study of the mechanical behaviour of a mortar and of its permeability under deviatoric loading, *Materials and Structures*, vol. 32, **220**, July **1999**, pp. 403-409.
- [59] NGALA V.T., PAGE C.L., PARROTT L.J., YU S.W., Diffusion in cementitious materials: II. Further investigations of chloride and oxygen diffusion in well-cured OPC and OPC/30% PFA pastes, *Cement and Concrete Research*, vol. 25, **4**, **1995**, pp. 819-826.
- [60] NILSSON L.O., POULSEN E., SANDBERG P., SORENSEN H.E., KLINGHOFFER O., *Chloride penetration into concrete – State-of-the-art. Transport processes, corrosion initiation, test methods and prediction models*, HETEK Report n° 53, (Ed. Frederiksen J.M., Danish Road Directorate, Copenhagen, **1996**), pp. 23-25.
- [61] NT Build 492 – Nordtest method, *Concrete, mortar and cement-based repair materials: Chloride migration coefficient from non-steady-state migration experiments*, Espoo, Finland, **1999**.
- [62] PARROTT L.J., Moisture conditioning and transport properties of concrete test specimens, *Materials and Structures*, vol. 27, **1994**, pp. 460-468.
- [63] PAPADAKIS V.G., Effect of supplementary cementing materials on concrete resistance against carbonation and chloride ingress, *Cement and Concrete Research*, vol. 30, **2000**, pp. 291-299.
- [64] PENTALLA V., Strains and pressures induced by freezing mortars exposed in sodium chloride solution, *Concrete Science and Engineering*, vol. 1, March **1999**, pp. 2-14.
- [65] PERRATON D., AÏTCIN P.C., CARLES-GIBERGUES A., Mesure de la perméabilité aux gaz des bétons : perméabilité apparente et perméabilité intrinsèque – Partie I – Validation des concepts de Carman et de Klinkenberg dans le cas d'un BHP – Partie II – Étude de l'influence de la taille des éprouvettes et de la variabilité des résultats dans le cas d'un BHP, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **221**, mai-juin **1999**, pp. 69-87.
- [66] POWERS T.C., The air requirement of frost-resistant concrete, in *Proceedings of the Highway research board*, **29**, **1949**, pp. 184-211.
- [67] POWERS T.C., HELMUTH R.A., Theory of volume changes in hardened Portland cement paste, in *Proceedings of the Highway research board*, **32**, **1953**, pp. 285-297.
- [68] PICANDET V., *Influence d'un endommagement mécanique sur la perméabilité et sur la diffusivité hydrique des bétons*, Thèse de doctorat de l'Université de Nantes, décembre **2001**, 229 pages.
- [69] QUENARD D., GIRAUD D., *Détermination du front de pénétration des ions chlorures dans les bétons par l'essai de migration sous champ électrique*, Projet national BHP 2000 – Thème 1 : Durabilité, Rapport CSTB, décembre **1998**, 17 pages.
- [70] RAHARINAIVO A., ARLIGUIE G., CHAUSSADENT T., GRIMALDI G., POLLET V., TACHE G., *La corrosion et la protection des aciers dans le béton*, Presses de l'ENPC, Paris, **1998**, 167 pages.
- [71] *Recommandations pour la durabilité des bétons soumis au gel*, Document provisoire, 150 pages, à paraître en 2003.
- [72] RICHARDSON I.G., The nature of C-S-H in hardened cements, *Cement and Concrete Research*, vol. 29, **1999**, pp. 1131-1147.

- [73] ROUGEAU P., BOURNAZEL J.P., HORNAIN H., BAROGHEL-BOUNY V., LAMOTTE H., *Comportement des BHP vis-à-vis du gel avec ou sans sels de déverglaçage*, Projet National BHP 2000 – Thème 1 : Durabilité, Rapport CERIB/LERM/LCPC/CEA, **2001**, 75 pages.
- [74] SAITO M., ISHIMORI H., Chloride permeability of concrete under static and repeated loading, *Cement and Concrete Research*, vol. 25, n° 4, **1995**, pp. 803-808.
- [75] SCHERER G.W., Crystallization in pores, *Cement and Concrete Research*, vol. 29, **1999**, pp. 1347-1358.
- [76] SETZER M.J., *Action of frost and deicing chemicals-basic phenomena and testing*, in Proceedings of the International RILEM Conference « Freeze-thaw durability of concrete » (Ed. by J. Marchand, M. Pigeon & M.J. Setzer, RILEM, Paris, **1997**).
- [77] TANG L., NILSSON L.O., Rapid determination of the chloride diffusivity in concrete by applying an electrical field, *ACI Materials Journal*, vol. 89, n° 1, **1992**, pp. 49-53.
- [78] TANG L., NILSSON L.O., Chloride binding capacity and binding isotherms of OPC pastes and mortars, *Cement and Concrete Research*, vol. 23, **1993**, pp. 247-253.
- [79] TANG L., Electrically accelerated methods for determining chloride diffusivity in concrete – current development, *Magazine of Concrete Research*, vol. 48, **1996**, pp. 173-179.
- [80] TANG L., SORENSEN H.E., Precision of the Nordic test methods for measuring the chloride diffusion/migration coefficients of concrete, *Materials and Structures*, vol. 34, October **2001**, pp. 479-485.
- [81] THOMAS M.D.A., MATTHEWS J.D., The permeability of fly ash concrete, *Materials and Structures*, vol. 25, **1992**, pp. 388-396.
- [82] TOGNAZZI C., TORRENTI J.M., CARCASSES M., OLLIVIER J.P., Coupling between diffusivity and cracks in cement-based systems, *Concrete Science and Engineering*, vol. 2, December **2000**, pp. 176-181.
- [83] TSUKAMOTO M., WORNER J.D., Permeability of cracked fiber-reinforced concrete, Darmstad Concrete, *Ann. J. on concrete and concrete structures*, vol. 6, **1991**, pp. 123-135.
- [84] VILLAIN G., BAROGHEL-BOUNY V., HUA C., KOUNKOU C., *Perméabilité aux gaz de deux bétons en fonction de leur taux de saturation – Influence du préconditionnement*, Thème de Recherche OA9 – Sujet n° 1 – Programme 1.1, Rapport final LCPC, mars **2000**, 28 pages.
- [85] VILLAIN G., BAROGHEL-BOUNY V., KOUNKOU C., HUA C., Mesure de la perméabilité aux gaz en fonction du taux de saturation des bétons, in « Transferts dans les bétons et durabilité », numéro spécial de la *Revue Française de Génie Civil*, vol. 5, n° 2-3 (Ed. by V. Baroghel-Bouny, Hermès Science Publications, Paris, **2001**), pp. 251-268.
- [86] ZHANG M.H., GJØRV O.E., Effect of silica fume on pore structure and chloride diffusivity of low porosity cement pastes, *Cement and Concrete Research*, vol. 21, **1991**, pp. 1006-1014.
- [87] ZUBER B., MARCHAND J., Modeling the deterioration of hydrated cement systems exposed to frost action. Part I: Description of the mathematical model, *Cement and Concrete Research*, vol. 30, **2000**, pp. 1929-1939.