

# Influence de la cure thermique sur le développement de la RSI dans les bétons lors d'un échauffement tardif

Marius Nanfack<sup>1</sup>, Hector Gomart<sup>1</sup>, Adrien Bouvet<sup>1</sup>, Albert Noumowé<sup>1</sup>, Pierre Seguin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>L2MGC, CY Cergy Paris Université, 5 Mail Gay Lussac, 95000 Neuville-sur-Oise, France

<sup>2</sup>EDF, Direction Technique, Département TEGG, Aix-en-Provence, France

## RESUME

La réaction sulfatique interne (RSI) est une pathologie endogène des matériaux cimentaires se manifestant par la formation d'ettringite différée. Elle provoque leur gonflement et la dégradation de leurs performances mécaniques. Ce travail porte sur l'étude d'un béton sensible à la RSI, chauffé tardivement après 90 jours de maturation. Les traitements thermiques sont faits à 85 °C, en conditions séchante et humide, pour des durées de 3 et 30 jours. Le phénomène de la RSI est observé grâce au suivi temporel de la variation dimensionnelle, de la masse et du module dynamique. En fonction de la durée et des conditions de cure thermique, le béton peut présenter un endommagement important de la matrice avec l'apparition de macro-fissures, caractérisé par des expansions pouvant atteindre 1,02 % et diminution du module dynamique pouvant atteindre une baisse de 90 %. Des analyses au microscope électronique à balayage (MEB) et à la spectrométrie par rayons X (EDX) permettent de confirmer que ces gonflements sont liés à la présence d'ettringite différée dans la matrice cimentaire.

**Mots-clefs** Béton, réaction sulfatique interne, ettringite, échauffement tardif, MEB.

## I. INTRODUCTION

La durabilité du béton reste un enjeu majeur en génie civil, notamment lorsque les ouvrages sont exposés à des conditions environnementales et opérationnelles défavorables. L'une des problématiques significatives en matière de durabilité est la réaction sulfatique interne (RSI), qui correspond à la formation d'ettringite différée. Cette pathologie se manifeste à la suite de l'échauffement ( $> 65^{\circ}\text{C}$ ) d'un béton, constitué d'un ciment riche en alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , en trioxyde de soufre  $\text{SO}_3$  et en alcalin  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{equiv}}$ , associé à la présence d'eau. Elle provoque des phénomènes de gonflement, de fissuration et une dégradation à long terme du béton. Plusieurs études (Heinz et Ludwig, 1987), (Lawrence, 1995) et (Scrivener et al., 1999) ont montré que l'ettringite primaire est instable et dissoute à partir de  $65^{\circ}\text{C}$ . Cette dissolution de l'ettringite est favorisée par une teneur élevée en alcalins équivalents, car elle contribue à la sorption des sulfates et des aluminates par les C-S-H (Lewis et al., 1995), (Divet, 2001) et (Pavoine et al., 2012). Après refroidissement, la recristallisation de l'ettringite différée expansive nécessite une présence suffisante en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{SO}_3$ . (Heinz et Ludwig, 1987) ont proposé le rapport molaire  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  comme un indicateur de risque

de développement de la RSI avec un seuil de 0,67. Plus tard, (Fu et al., 1997) et (Famy, 1999), (Zhang et al., 2002) ont montré que ce seuil était de 0,8. En effet, (Zhang et al., 2002) montrent que d'autres paramètres peuvent influencer l'expansion liée à la RSI, tels que la proportion en C3A, en  $\text{SO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{equiv}}$ . Ils ont ainsi défini un indice RSI (*DEF index*) tenant compte de l'ensemble de ces paramètres. Ils ont montré que des mortiers ayant un indice RSI < 1,1 ne développaient pas de RSI au bout de 800 jours. En plus de la température et de la composition du ciment, une humidité relative élevée est requise pour la formation d'ettringite différée. Elle doit être supérieure à 90 % selon (Heinz et Ludwig, 1987) et à 92 % selon les travaux de (Graf, 2007). Les travaux de (Al Shamaa et al., 2015) montrent que des éprouvettes conservées en immersion dans l'eau développent la même cinétique et amplitude que celle conservées à 100 % d'humidité relative.

Bien que des avancées significatives aient été réalisées pour la compréhension des mécanismes de la RSI en échauffements au jeune âge (étuvage d'éléments préfabriqués ou confection des pièces massives), les études sur le comportement du béton en cas d'échauffement tardif, après maturation, restent rares dans la littérature. Cependant, les échauffements tardifs sont fréquents, en particulier dans certaines installations industrielles en situation de fonctionnement nominale pour des températures relativement élevées, par exemple à 175 °C (Nanfack et al., 2023), voire en situation accidentelle. Dans ces conditions de chauffe après maturation, des auteurs (Martin et al., 2013.), (Kchakech et al., 2015), (Kchakech et al., 2016) et (Nanfack et al., 2023) ont montré que la durée et la température de la cure thermique influencent également la cinétique et l'amplitude de gonflement lié à la RSI, avec dans certains cas un « effet pessimum ».

Un autre paramètre va aussi influencer la RSI : le type de traitement thermique, en condition séchante ou humide. À notre connaissance, seuls (Lion et al., 2022) présentent une étude comparative entre cure sèche et cure humide sur un même béton en échauffement tardif. Leurs résultats montrent que les expansions sont plus importantes en condition humide à 85 °C (1,5 %) que celles en conditions séchantes à 130 °C (0,6 %).

Ainsi la présente étude vise à évaluer l'influence des conditions de cure (sèche et humide) sur un béton chauffé après maturation de 90 jours, à 85 °C pendant 3 et 30 jours. En condition séchante, les cures ont été réalisées dans une étuve à convection et en condition humide, par immersion des éprouvettes à l'aide d'un dispositif de bain d'eau thermostaté et brassé. Pour s'assurer de la recristallisation de l'ettringite ( $\text{HR} > 90\%$ ), les échantillons de béton ont ensuite été conservés dans l'eau après refroidissement et pendant toute la durée du suivi. La RSI étant caractérisée par une mesure de l'expansion supérieure à 0,04 %, seuil proposé par l'IFSTTAR (LCPC-ME66, 2007) et confirmée par une analyse MEB, plusieurs indicateurs seront ici observés. Ainsi la campagne expérimentale a permis, d'une part, d'observer des écarts importants de cinétique et d'amplitude d'expansion, de variation massique masse et d'autre part, d'évaluer la variation des propriétés mécaniques (résistance à la compression, module dynamique) et physiques (porosité) du béton après le traitement thermique et au cours du temps. Des analyses au MEB et EDX ont également été réalisées pour confirmer la présence ou non d'ettringite différée dans la matrice cimentaire.

## II. MATERIAUX ET METHODES

### A. Matériaux

La présente étude a été réalisée sur un béton de classe de résistance C40/45 avec un rapport E/C de 0,5 et une classe de consistance S2. Sa composition est donnée au [TABLEAU 1](#). Il a été formulé à partir d'un ciment CEM I 52.5 N CE CP2 NF, dont la composition chimique est donnée au [TABLEAU 1](#). Il présente des teneurs relativement élevées en alcalins actifs  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ , en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et en  $\text{SO}_3$  avec un rapport  $\text{SO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  de 0,99 et un indice RSI (DEF index) égal à 0,95. La proportion de ces constituants est donc susceptible de favoriser le développement de la RSI.

Les granulats utilisés sont des sables et des gravillons siliceux. Ces granulats ont été choisis pour deux raisons : (i) ils sont non réactifs aux alcalis (NF P18-594, 2015), ce qui permet d'éviter un gonflement parasite lié à l'alcali-réaction ; (ii) ils sont siliceux, ce qui peut favoriser le développement de la RSI, à cause de la faible adhérence à l'interface pâte-granulat (Malbois et al., 2017). Au total sept classes granulaires ont été utilisées, avec des granulométries allant de 0 à 4 mm pour les sables et de 4 à 20 mm pour les gravillons. Des éprouvettes prismatiques 7×7×28 cm et cylindriques 7×14 cm et 11×22 cm ont été confectionnées, puis démoulées au bout de 24 h avant d'être conservées dans l'eau de robinet à  $T = 20 \pm 2$  °C (NF EN 12390-2, 2019) pendant 90 jours de maturation.

**TABLEAU 1 : Composition du béton et du ciment**

Ciment (CEM I 52,5)	Eau ajoutée	E/C	Adjuvant (superplastifiant)	Masse totale de sables	Masse totale de gravillons
350 kg.m <sup>-3</sup> (C <sub>3</sub> S = 67 %, C <sub>2</sub> S = 11 %, C <sub>3</sub> A = 7 %, C <sub>4</sub> AF = 10 %, Na <sub>2</sub> O <sub>eq.</sub> = 0,95 %)	185 kg.m <sup>-3</sup>	0,5	0,15 % du ciment	741 kg.m <sup>-3</sup>	1075 kg.m <sup>-3</sup>

### B. Traitement thermique

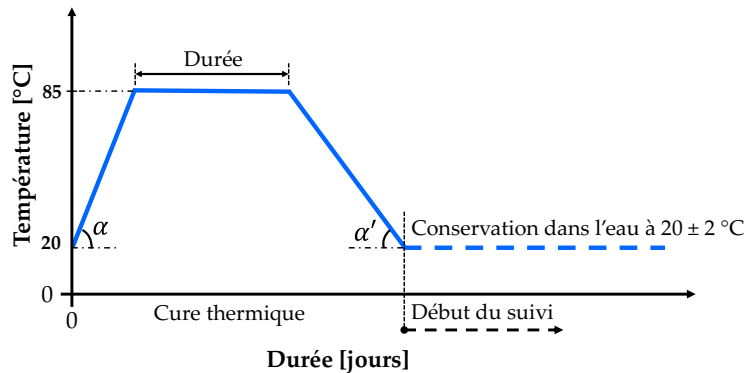
Au terme de la maturation, les traitements thermiques ont été appliqués à 85 °C en condition séchante (D = Dry) dans une étuve et en condition humide (W = Wet), en immergeant les éprouvettes dans un bain d'eau thermostaté et en circulation. Le [TABLEAU 2](#) présente l'ensemble des configurations avec leur nomenclature. Le béton de référence, non chauffé est noté C1-0.

**TABLEAU 2 : Configurations étudiées**

Durée de la cure [jours]	Condition de chauffe	Température [°C]	Nomenclature
3	D	85	C1-3-D-85
3	W	85	C1-3-W-85
30	D	85	C1-30-D-85
30	W	85	C1-30-W-85

La [FIGURE 1](#) illustre de façon schématique l'évolution de la température au cours des cures thermiques en conditions séchante et humide. Entre 20 °C et 85 °C, les vitesses ont été limitées en chauffe à  $\alpha < 1$  °C/min et en refroidissement à  $\alpha' > -1$  °C/min, afin d'éviter un gradient supérieur à

10 °C/cm à l'intérieur des éprouvettes (RILEM, 2004). Une éprouvette cylindrique 11 × 22 cm a été instrumentée avec des thermocouples en son centre et en surface, afin de contrôler le cycle de chauffe et les valeurs du gradient thermique. La valeur maximale du gradient mesuré au sein de l'éprouvette est de 1,2 °C/cm en condition séchante et de 0,2 °C/cm en condition humide.



**FIGURE 1 : Schéma du profil de température lors de la cure thermique**

Après la phase de refroidissement, les éprouvettes chauffées en condition séchante sont réimmergées et conservées dans un bac d'eau de robinet à  $20 \pm 2$  °C. Le volume d'eau de conservation est égal à 1,5 fois le volume de béton comme le préconise le (LCPC-ME66, 2007). Durant toute la période de suivi, l'eau de conservation est renouvelée toutes les 2 à 3 semaines afin de faciliter la lixiviation des alcalins et ainsi favoriser la RSI, comme l'a montré l'étude de (Leklou et al., 2013).

### C. Méthode de caractérisation

La campagne expérimentale réalisée a permis dans un premier temps d'évaluer l'influence des cures thermiques humides et séchantes sur les propriétés du béton. Pour cela, la porosité à l'eau (NF P 18-459, 2022) et la résistance à la compression (NF EN 12390-3, 2019) ont été mesurées après le traitement thermique. Le suivi temporel de l'endommagement du béton s'effectue grâce aux indicateurs suivants :

- Suivi de masse et de déformation (NF P18-427, 1996). Pour chaque configuration, 3 éprouvettes prismatiques 7×7×28 cm ont été utilisées afin de retenir les valeurs moyennes ;
- Suivi du module dynamique longitudinal mesuré sur une 11×22 et trois 7×14 cm ;
- Des analyses au MEB et EDX ont été réalisées pour identifier la présence ou non d'ettringite et cartographier la distribution du soufre, marqueur de l'ettringite.

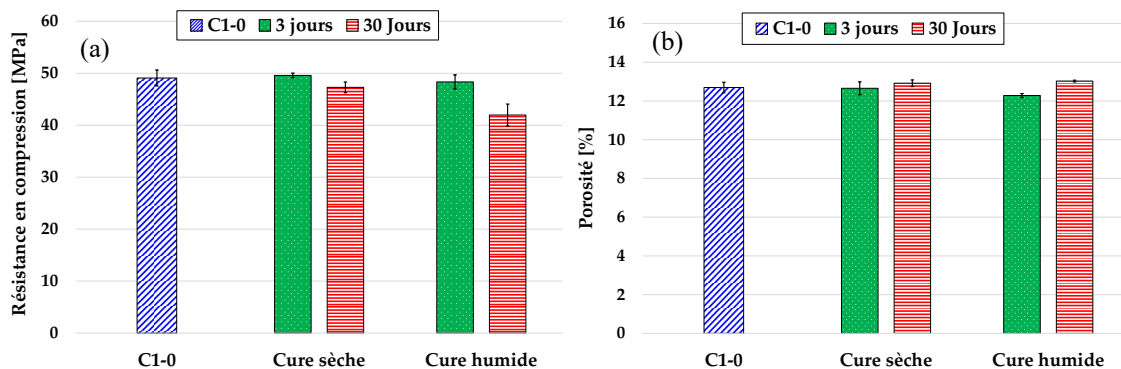
## III. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

### A. Effets du traitement thermique sur le béton

La FIGURE 2 (a) présente les valeurs de la résistance en compression,  $R_c$ , mesurées après les différentes cures thermiques. Le béton témoin C1-0 a une résistance en compression égale à 49,1 MPa. Le traitement thermique de 3 jours en condition séchante (C1-3-D-85) n'a pas d'effet sur

la résistance à la compression puisque sa valeur ( $R_c = 49,6$  MPa) reste dans l'intervalle de l'écart type de C1-0. Tandis que celui chauffé pendant 30 jours présente une baisse de 3,7 % par rapport au béton témoin, qui s'explique par une légère microfissuration de la matrice. En condition humide, là encore, le traitement de 3 jours impacte peu les performances mécaniques du béton ( $R_c = 48,3$  MPa), alors qu'une perte de 14,5 % est observée pour la cure de 30 jours. Ces pertes reflètent ainsi une modification de la matrice cimentaire, liée à une décomposition totale ou partielle de certains hydrates, induisant une modification de la structure des C-S-H principaux responsables de la résistance en compression du béton (Paul et al., 2000).

La FIGURE 2 (b) présente les valeurs de la porosité à l'eau,  $p$ , mesurées après les différentes cures thermiques. Le béton témoin C1-0 a une porosité de 12,7 %. En condition séchante, le C1-3-D-85 ne subit pas de variation de la porosité ( $p = 12,7$  %), tandis qu'une légère augmentation de 0,2 % est observée pour le C1-30-D-85. Ce résultat vient confirmer la légère diminution de  $R_c$  liée à la microfissuration. En condition humide, on observe un comportement équivalent : une porosité sensiblement égale à 3 jours ( $p = 12,3$  %) et une légère augmentation à 30 jours ( $p = 13,0$  %). Ces résultats sont en accord avec les valeurs de la résistance à la compression.

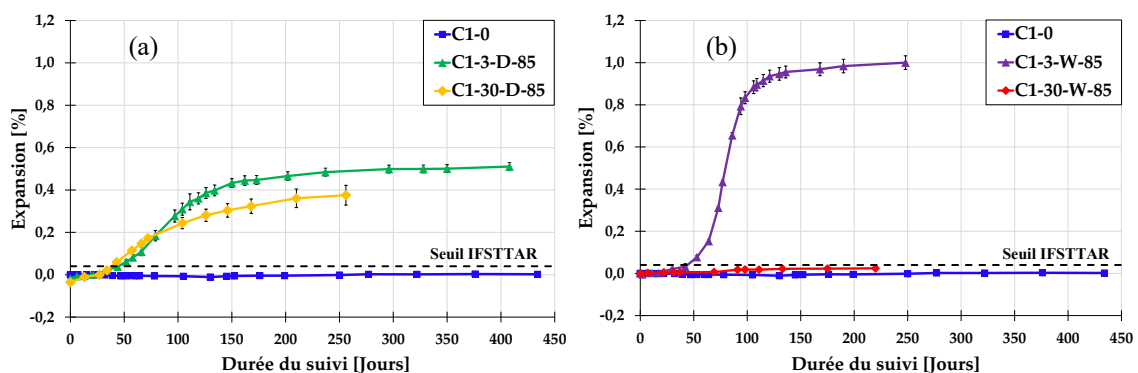


**FIGURE 2 :** (a) résistance à la compression et (b) porosité à l'eau après traitement thermique.

### B. Variations dimensionnelles et massiques des bétons

Les FIGURE 3 (a) et (b) présentent l'évolution de l'expansion au cours du temps, calculée à partir des valeurs initiales des dimensions avant traitement thermique. Le point  $t = 0$  en abscisse correspond à la fin du traitement thermique et avant l'immersion des éprouvettes. Pour le béton de référence,  $t = 0$  correspond à la fin de la maturation (90 jours). La FIGURE 3 (a) présente les expansions de C1-0 et celles des bétons chauffés pendant 3 jours (C1-3-D-85) et 30 jours (C1-30-D-85) en conditions séchantes. Le béton de référence ne développe pas la RSI, puisque jusqu'à 435 jours, son expansion ne dépasse pas 0,003 % restant inférieure au seuil de 0,04 % défini par l'IFSTTAR (LCPC-ME66, 2007). Au contraire, les bétons C1-3-D-85 et C1-30-D-85 développent la RSI, puisqu'ils atteignent à 260 jours un plateau à 0,49 % et 0,37 % respectivement. En effet dès le 40<sup>e</sup> jour, leur expansion est déjà supérieure au seuil de 0,04 %. Avant cette date, C1-3-D-85 et C1-30-D-85 ont des cinétiques identiques. Entre le 40<sup>e</sup> et le 72<sup>e</sup> jour, le C1-3-D-85 présente une cinétique légèrement plus faible que C1-30-D-85, avant de prendre le dessus. Dans l'ensemble le C1-3-D-85 présente une phase de latence plus faible que le C1-30-D-85, puisque les durées au point d'inflexion sont de 66 et 89 jours respectivement. En effet, cette différence de durée de latence peut s'expliquer par leur différence de porosité. L'ettringite en se recristallisant commence

par combler les vides, avant de générer des pressions de cristallisation par manque d'espace. Selon (Taylor et al. 2001) et (Barbarulo et al., 2005), une augmentation de la porosité réduit également la cinétique et l'amplitude de gonflement. Comme le montrent la diminution de  $R_c$  et l'augmentation de la porosité (FIGURE 2), la matrice de C1-30-D-85 a été dégradée par le traitement thermique. Ainsi, la microfissuration engendrée par la cure thermique a permis au béton de limiter la pression liée à la recristallisation de l'ettringite qui s'est reformée. Cela a conduit à une différence d'amplitude des expansions au bout de 260 jours. La FIGURE 3 (b) présente les expansions pour les traitements en condition humide. Le C1-3-W-85 présente un gonflement important, puisqu'il atteint une amplitude de 1,02 %, avec un temps de latence de 78 jours. L'amplitude élevée en condition humide pourrait s'expliquer par la présence d'eau pendant la cure, qui favorise le transfert des réactifs et par conséquent, leur fixation. À l'inverse du C1-3-W-85, le C1-30-W-85 jusqu'à la dernière mesure à 220 jours de suivi ne dépasse pas 0,02 % d'expansion restant ainsi en dessous du seuil de RSI. L'expansion de celui-ci semble inhibée ou ralentie à cause de la durée de cure importante. En effet, plus la durée de cure est longue, plus elle favorise un épuisement du potentiel de recristallisation via la fixation irréversible des aluminates sur les C-S-H avec formation d'hydrogrenats.



**FIGURE 3 : Variations dimensionnelles en condition séchante (a) et humide (b). Seuil de déclenchement de la RSI de 0,04% proposé par (LCPC-ME66, 2007).**

Les FIGURE 4 (a) et (b) illustrent l'évolution de la masse pour chaque configuration en fonction de la durée du suivi. Les bétons chauffés en condition séchante présentent une reprise de masse importante après traitement thermique liée à la réhydratation des éprouvettes après immersion. Ensuite on observe une augmentation corrélée avec l'expansion des éprouvettes et à la formation d'ettringite différée. En condition humide, il est observé une perte de masse moins prononcée après le traitement thermique. Elle serait due à la décomposition de certains hydrates et à la lixiviation des espèces chimiques, notamment les alcalins. Par la suite, une prise de masse est observée. Elle serait liée à la reformation de l'ettringite et à la prise d'eau pendant le gonflement. Il est à noter que l'expansion et la masse des 4 configurations étudiées présentent une augmentation continue à long terme pendant le phénomène de gonflement liée à la RSI. Cette phase d'augmentation pourrait être liée non seulement à la formation d'ettringite différée, mais aussi à la formation tardive de la calcite comme l'ont montrées des analyses DRX sur des aiguilles rebouchant les macrofissures surfaciques.

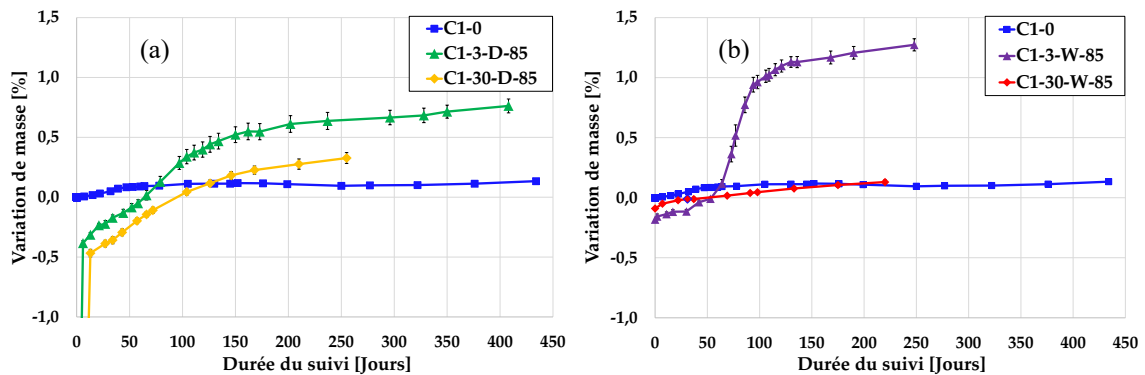


FIGURE 4 : Variations massiques en condition séchante (a) et humide (b).

### C. Suivis non destructifs des bétons

Les FIGURE 5 (a) et (b) présentent l'évolution du module dynamique,  $E_{dyn}$ , dans le temps. La valeur du béton de référence C1-0 est égale à 45,8 GPa à  $t = 0$ . Elle augmente très légèrement jusqu'à 46,2 GPa au bout de 150 jours, puis reste constante au cours du temps. Cette légère hausse peut s'expliquer par la suite de l'hydratation de la matrice cimentaire. Après le traitement thermique en condition séchante, une diminution du module dynamique est observée avec une baisse de 18% et 37% pour 3 et 30 jours respectivement. Ces valeurs sont à nuancer puisqu'après immersion, elles augmentent de 15 % et 28 % avec la reprise d'eau des bétons chauffés pendant 3 et 30 jours respectivement.

À l'issue du traitement thermique de 3 jours en condition séchante (C1-3-D-85), le module dynamique du béton baisse de 18% (37,4 GPa), puis augmente avec la reprise en eau des éprouvettes pour atteindre la valeur de 42,9 GPa. A partir de 30 jours, la valeur du  $E_{dyn}$  chute pour atteindre 19,3 GPa au bout de 150 jours. Cette décroissance coïncide avec le développement de la RSI observé avec l'évolution de l'expansion, cf. FIGURE 3 Au-delà de 150 jours, on observe ensuite une hausse constante du module dynamique qui atteint 26,0 GPa, correspondant là encore à une croissance de l'expansion et de la masse. On constate le même comportement pour la cure thermique de 30 jours, avec une baisse de 37 % (28,7 GPa) après la cure thermique ; 34 jours après immersion sa valeurs est de 37 GPa, avant de diminuer jusqu'à 31 GPa pendant le gonflement.

Après le traitement thermique en condition humide, la baisse, est de 10,6% et 11,9% à 3 et 30 jours, par rapport au béton témoin. On constate que le module dynamique du béton C1-30-W-85 qui ne présente pas d'expansion liée à la RSI, reste constant et égal à 40,5 GPa. En revanche, la phase de dégradation des éprouvettes se manifeste par une perte brutale des valeurs du module dynamique qui vont jusqu'à 4,5 GPa soit une baisse de 90 % par rapport à la valeur du C1-0. La cinétique et l'amplitude des dégradations sont ainsi plus importantes sur les bétons les plus expansifs. Après cette chute brutale, et comme pour les bétons ayant subis une cure sèche, le module dynamique du béton C1-3-W-85 présente ensuite une augmentation continue à partir du 120<sup>e</sup> jour. Cette augmentation progressive du module dynamique a été observée par plusieurs auteurs (Pavoine et al., 2012), (Nguyen et al., 2013), (Al Shamaa et al., 2014), et serait due à une densification de la matrice notamment par l'ettringite différée (environ 1,8 g.cm<sup>-3</sup>). Elle serait également due à une formation tardive de calcite plus dense que l'ettringite (environ 2,7 g.cm<sup>-3</sup>)

colmatant les fissures. Ces transformations sont induites par un gradient de concentration des réactifs dans la matrice qui favorise leur transport vers dans les pores ou les fissures libres.

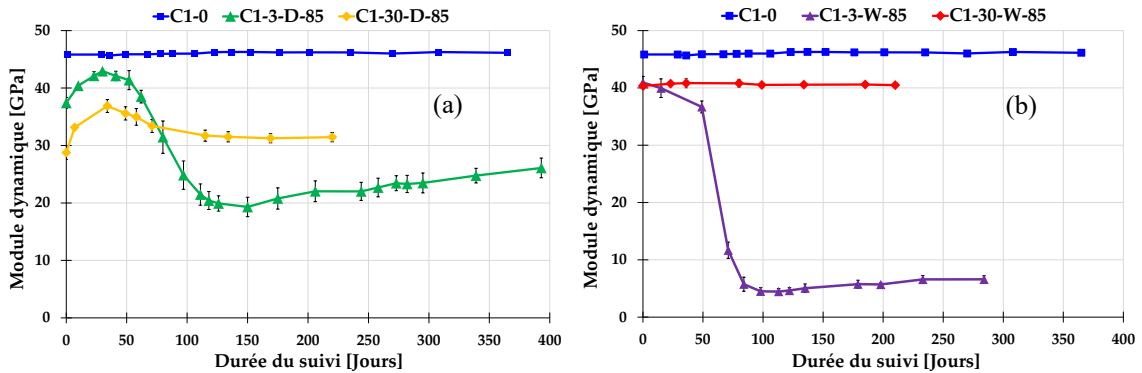
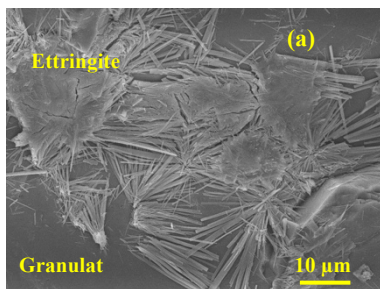


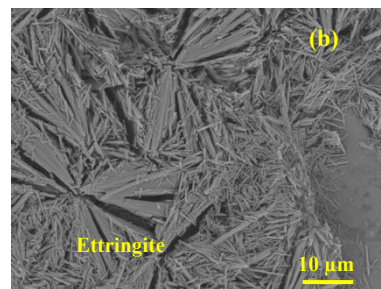
FIGURE 5 : Variation du module dynamique en condition séchante (a) et humide (b).

D. Observations microscopiques

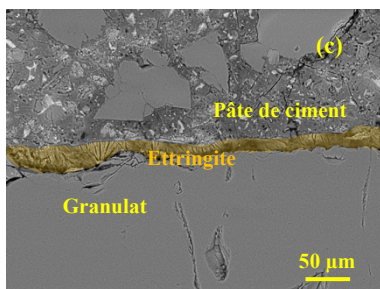
Des analyses MEB et EDX ont été effectuées, et les résultats partiels sont consignés dans la FIGURE 6. En premier lieu, l'analyse MEB de fragments de béton révèle, rapidement après la fin du traitement thermique, la présence d'aiguilles d'ettringite différée (a), puis, avec le temps, ces dernières se densifient (b). De plus, les observations réalisées sur des échantillons imprégnés de résine et polis ont révélé la présence d'ettringite principalement au niveau des interfaces pâte-granulats et des pores (c). Ces observations ont été corroborées par des analyses EDX, où l'élément soufre, principal indicateur de la présence d'ettringite, est représenté en vert (d).



À t0 + 53 jours (sur fragment de béton)



À t0+190 jours (sur fragment de béton)



À t0 + 240 jours (sur échantillon imprégné de résine)

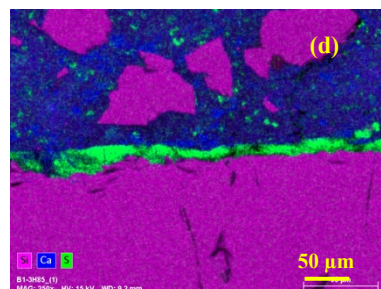


FIGURE 6 : Photos MEB et cartographie EDX sur C1-3-W-85

#### IV. CONCLUSION

La problématique de l'influence des conditions de cure thermique sur la RSI a été traitée dans le cas d'échauffement tardif après 90 jours de maturation. Les bétons étudiés ont été chauffés à 85 °C, pendant 3 et 30 jours, en conditions séchante et humide. Les différentes variations induites tant sur l'aspect physique que mécanique ont été présentées. Les résultats obtenus ont montré d'une part l'effet des cures thermiques sur les bétons, et d'autre part la dégradation des bétons au cours du temps. Il en ressort plusieurs conclusions :

- Le béton de référence C1-0 (n'ayant pas subi de cure thermique) ne présente pas de gonflement significatif. Ceci confirme que seule une élévation de la température (> 65 °C) déclenche la RSI, bien que le ciment soit riche en trioxyde de soufre (SO<sub>3</sub>), en aluminates et en alcalins ;
- La cure thermique de 3 jours génère moins de gonflements en condition séchante qu'en condition humide, la présence d'eau pendant la cure favorise le transfert des réactifs et par conséquent, leur fixation dans la matrice ;
- Pour les cures thermiques de 30 jours, en condition séchante, le béton développe des expansions liées à la RSI alors que celui chauffé en condition humide reste en dessous du seuil de 0,04 %, même après 220 jours de suivi, effet de la fixation irréversible des aluminates pendant la cure humide qui aurait inhibé ou alors serait entrain de retarder le gonflement ;
- Les observations au MEB et cartographie EDX confirment que les expansions mesurées sont bien liées à la RSI. D'une part, les analyses révèlent la présence d'aiguilles d'ettringite différée qui se sont densifiées. D'autre part, il a été clairement établi que l'interface pâte-granulat et les pores sont des zones préférentielles de formation d'ettringite différée ;
- Des observations macroscopiques des éprouvettes ont montré la présence de fissures surfaciques en lien avec la RSI, à partir de 86 ; 126 et 146 jours pour les configurations C1-3-W-85 ; C1-3-D-85 et C1-30-D-85 respectivement, ce qui corrobore l'évolution des indicateurs mesurés. Des observations ont également montré la présence d'aiguilles macroscopiques de calcite rebouchant les fissurations surfaciques. Cette formation de calcite pourrait être à l'origine de l'augmentation du volume, de masse et du module dynamique aux temps longs pendant la réaction sulfatique interne.

#### REFERENCES

Al Shamaa, M., Lavaud, S., Divet, L., Nahas, G., Torrenti, J.M., 2014. Coupling between mechanical and transfer properties and expansion due to DEF in a concrete of a nuclear power plant. *Nuclear Engineering and Design* 266, 70–77. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2013.10.014>

Al Shamaa, M., Lavaud, S., Divet, L., Nahas, G. and Torrenti, J. M. (2015), 'Influence of relative humidity on delayed ettringite formation', *Cement and Concrete Composites* 58, 14–22. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946515000050>

Barbarulo, R., Peycelon, H., Prené, S., Marchand, J. (2005). Delayed ettringite formation symptoms on mortars induced by high temperature due to cement heat of hydration or late thermal cycle. *Cem. Concr. Res.* 35, 125–131. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.05.041>

Divet L. (2001). Les réactions sulfatiques internes au béton : contribution à l'étude des mécanismes de la formation différée de l'ettringite, thèse de doctorat, Conservatoire National des Arts et Métiers

Famy C. (1999). Expansion of Heat-Cured Mortars. Ph. D. Thesis, Department of Materials, Imperial College of Science, University of London.

Fu, Y., Ding, J., Beaudoin, J.J. (1997). Expansion of portland cement mortar due to internal sulfate attack, *Cement and Concrete Research*, Volume 27, Pages 1299-1306, ISSN 0008-8846, [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(97\)00133-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(97)00133-6).

Graf L., Vagn J. (2007). Effect of Relative Humidity on Expansion and Microstructure of Heat-Cured Mortars, RD139, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, 2007

Heinz, D., Ludwig, U. (1987). Mechanism of Secondary Ettringite Formation in Mortars and Concretes Subjected to Heat Treatment. *Spec. Publ.* 100, 2059–2072. <https://doi.org/10.14359/3827>

Kchakech, B., Martin, R.-P., Metalssi, O., & Toutlemonde F. (2015). Experimental study of the influence of the temperature and duration of heat treatments at early age on the risk of concrete expansion associated with Delayed Ettringite Formation. 10th International Conference on Mechanics and Physics of Creep, Shrinkage, and Durability of Concrete and Concrete Structures, DOI:10.1061/9780784479346.055.

Kchakech, B., Martin, R.P., Omikrine-Metalssi, O., Toutlemonde, F. (2016). Risk of Delayed Ettringite Formation in Concrete Heated at a Mature Stage: Experimental Quantitative Evidence. *Key Eng. Mater.* 711, 287–294. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.711.287>

Lawrence C., D. (1995). Mortar expansions due to delayed ettringite formation. Effects of curing period and temperature, *Cement and Concrete Research* 25 (4) 903 – 914. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00081-M](https://doi.org/10.1016/0008-8846(95)00081-M)

Leklou, N., Aubert, J.-E., Escadeillas, G. (2013). Influence of various parameters on heat-induced internal sulphate attack. *Eur. J. Environ. Civ. Eng.* 17, 141–153. <https://doi.org/10.1080/19648189.2012.755338>

Lewis, M.C., Scrivener, K.L., & Kelham, S. (1994) Heat Curing and Delayed Ettringite Formation. *MRS Online Proceedings Library* 370, 67–76. <https://doi.org/10.1557/PROC-370-67>

Marie Malbois, Loic Divet, Stéphane Lavaud, Jean, Michel Torrenti. Influence de la nature pétrographique des granulats et de cycles de séchage sur le développement de la réaction sulfatique interne dans le béton. CFM 2017 - 23ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2017, Lille, France

Martin, R.-P., Bazin, C., Renaud, J.-C., Toutlemonde, F. (2013). experimental study of def-expansions of concrete mixes submitted to early and late heat treatments. Proceedings of CONSEC13 Seventh International Conference on Concrete under Severe Conditions - Environment and Loading Volume I Pages: 851-861

Methode d'essai des LCPC n°66, (2007) Réactivité d'un béton vis-à-vis de la réaction sulfatique interne

Nanfack M., Gomart, H., Bouvet, A., Noumowe, A., Seguin, P. (2023). Effets des échauffements tardifs sur les propriétés d'un béton sensible à la RSI. <https://doi.org/10.26168/ajce.41.1.36>

Nguyen, V.-H., Leklou, N., Aubert, J.-E., Mounanga, P., 2013. The effect of natural pozzolan on delayed ettringite formation of the heat-cured mortars. *Construction and Building Materials* 48, 479–484. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.016>

Pavoine, A., Brunetaud, X., Divet, L. (2012). The impact of cement parameters on Delayed Ettringite Formation. *Cement and Concrete Composites*. 34, 521–528. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2011.11.012>

Paul, M., Glasser, F.P. (2000). Impact of prolonged warm (85 °C) moist cure on Portland cement paste, *Cement and Concrete Research*. 1869–1877. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00286-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00286-6)

RILEM TC 129-MHT (2004). Test methods for mechanical properties of concrete at high Temperatures. *Materials and Structures*, 37, 139-144.

Scrivener, K., Damidot, D., & Famy, C. (1999). Possible mechanisms of expansion of concrete exposed to elevated temperatures during curing (also known as DEF) and implications for avoidance of field problems. *Cement Concrete and Aggregates*, 21 (1), pp. 93-101. <https://doi.org/10.1520/CCA10513J>

Taylor H.F.W, Famy, C, Scrivener, K.L. (2001). Delayed ettringite formation, *Cement and concrete Research*, 31, 683-693. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00466-5](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00466-5)

Zhang, Z., Olek, J., Diamond, S. (2002). Studies on delayed ettringite formation in heat-cured mortars: II. Characteristics of cement that may be susceptible to DEF, *Cement and Concrete Research*, Volume 32, Pages 1737-1742, ISSN 0008-8846, [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00894-3](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00894-3).